



**UNIVERSIDADE ESTADUAL DO SUDOESTE DA BAHIA – UESB**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E**  
**CIÊNCIA DE ALIMENTOS**



**GABRIELA MURICY DE SOUZA SILVA**

**PROPRIEDADES QUÍMICAS, MORFOLÓGICAS, TÉRMICAS E**  
**TECNOLÓGICAS DO AMIDO DE INHAMBU (*Dioscorea trifida* L.) NATIVO E**  
**MODIFICADO POR ACETILAÇÃO**

**ITAPETINGA - BAHIA**  
**ABRIL, 2019**

GABRIELA MURICY DE SOUZA SILVA

**PROPRIEDADES QUÍMICAS, MORFOLÓGICAS, TÉRMICAS E  
TECNOLÓGICAS DO AMIDO DE INHAMBU (*Dioscorea trifida* L.) NATIVO E  
MODIFICADO POR ACETILAÇÃO**

Dissertação apresentada à Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia – UESB, como parte das exigências para obtenção do título de mestre no programa de Pós-graduação em Engenharia e Ciência de Alimentos.

Orientadora: Prof<sup>ª</sup>. DSc. Renata Cristina Ferreira Bonomo

Co-orientadores: Prof<sup>ª</sup>. DSc. Leandro Soares Santos

Prof<sup>º</sup>. DSc. Bianco Alves de Melo Neto

ITAPETINGA - BAHIA  
ABRIL, 2019

633.68 Silva, Gabriela Muricy de Souza  
S58p Propriedades químicas, morfológicas, térmicas e tecnológicas do amido de inhambu (*Dioscorea trifida* L.) nativo e modificado por acetilação. / Gabriela Muricy de Souza Silva. - Itapetinga: UESB, 2019.  
82p.

Dissertação apresentada à Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia – UESB, como parte das exigências para obtenção do título de mestre no Programa de Pós-graduação em Engenharia e Ciência de Alimentos. Sob a orientação do Prof<sup>a</sup>. D. Sc. Renata Cristina Ferreira Bonomo e coorientação do Prof. D. Sc. Leandro Soares Santos e Prof. D. Sc. Bianco Alves de Melo Neto.

1. Inhambu - Amido não convencional. 2. Amido – Propriedades - Modificação química. 3. *Dioscorea trifida* L. I. Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia. Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Alimentos. II. Bonomo, Renata Cristina Ferreira. III. Santos, Leandro Soares. IV. Melo Neto, Bianco Alves de. V. Título.

CDD(21): **633.68**

Catálogo na fonte:

Adalice Gustavo da Silva – CRB/5-535  
Bibliotecária – UESB – Campus de Itapetinga-BA

Índice Sistemático para Desdobramento por Assunto:

1. Inhambu - Amido não convencional
2. Amido – Propriedades - Modificação química
3. *Dioscorea trifida* L.



Áreas de Concentração: Engenharia de Alimentos  
Ciência de Alimentos

### DECLARAÇÃO DE APROVAÇÃO

**Título: PROPRIEDADES QUÍMICAS, MORFOLÓGICAS, TÉRMICAS E TECNOLÓGICAS DO AMIDO DE INHAMBU (*Dioscorea trifida* L.) NATIVO E MODIFICADO POR ACETILAÇÃO.**

**Autor (a): GABRIELA MURICY DE SOUZA SILVA**

**Orientador (a): Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Renata Cristina Ferreira Bonomo**

**Coorientador (a): Prof. Dr. Leandro Soares Santos**

Prof. Dr. Biano Alves de Melo Neto

Aprovada como parte das exigências para obtenção do Título de *MESTRE EM ENGENHARIA E CIÊNCIA DE ALIMENTOS, ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: ENGENHARIA DE ALIMENTOS*, pela Banca Examinadora.

Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Cristiane Martins Veloso  
Membro - UESB

Prof. Dr. Javier Telis-Romero  
Membro Externo - UNESP

Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Renata Cristina Ferreira Bonomo  
Orientadora - UESB  
Presidente da Banca

Itapetinga-BA, 19 de fevereiro de 2019.

*“Metade de mim agora é assim  
De um lado a poesia, o verbo, a saudade  
Do outro a luta, a força e a coragem pra chegar no fim  
E o fim é belo, incerto, depende de como você vê  
O novo, o credo, a fé que você deposita em você e só.”*

*Teatro Mágico*

*Dedico,  
À Deus,  
À minha Mãe,  
À minha Irmã Luísa,  
Aos meus amigos.*

## AGRADECIMENTOS

À Deus, por dar-me o amor verdadeiro e sua fidelidade, saúde para tornar a vida possível, me guiando e protegendo em todos os horizontes, passando força, persistência e positividade em todos os momentos. Para ti meu Pai entrego o meu amor maior.

À minha âncora, mãe, pelo apoio, incentivo, dedicação e ensinamentos, por estar sempre presente em minha vida, me proporcionando realizar novas conquistas. Mãe, meu amor por ti é puro e incondicional. A senhora tem o melhor de mim.

À minha irmã Luísa, por me ensinar o verdadeiro valor de ter uma irmã/amiga, pelo cuidado e responsabilidade que aprendi a ter em tudo. Pela leveza e todo carinho. Você não imagina a força de meu amor por você, faço de tudo pelo seu bem-estar.

À minha luz, vó Helena, por todo amor, tranquilidade e paciência em vida.

Aos meus familiares que sempre estiveram comigo me passando confiança, amor e amizade.

Aos meus amigos de longas datas, Christian, Bruna e Robson que mesmo com toda distância, nossa união é a mesma. Obrigada por me ensinarem a saber esperar e sentir que nada mudou. Amo muito todos vocês.

As minhas amigas Sayonara, Jessyka, Amanda, Aretha e Jana por todo amor, respeito, lealdade, companheirismo, paciência e alegria, além de tudo por me mostrarem o sentido de estar viva. Aos demais amigos que não foram citados, agradeço por fazerem parte da minha história e serem essenciais na minha vida.

Aos meus companheiros animais, em especial Layan, por trazerem confiança, amor, alegria e dias mais leves. Vocês têm meu cuidado e amor inexplicável.

À minha orientadora, professora Dr<sup>a</sup> Renata Bonomo, pelos conhecimentos, dedicação, compreensão, paciência e amizade durante essa trajetória. És maravilhosa. Agradeço pela oportunidade de conhecer sua filha Estelinha, é um encanto de menina. Tenho apreço e respeito enorme pelas duas.

À Izabella pela disponibilidade, ajuda em análises e longas conversas. Foi muito bom te conhecer e trocar conhecimentos. Você tem meu carinho.

Aos colegas do Laboratório de Engenharia de Processos (LEP) pela ajuda sempre que necessário.

À professora Dr<sup>a</sup> Cristiane Veloso e aos meus co-orientadores, DSc. Leandro Soares e DSc. Bianco Alves pelas sugestões e contribuições. Ao professor DSc. Rafael Fontan pelas experiências e oportunidades concedidas. Admiro muito vocês.

Aos integrantes da banca examinadora pela disponibilidade.

À Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia (UESB) e ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Alimentos por ter possibilitado o desenvolvimento deste trabalho.

Ao IFBAIANO, UFLA, UESC pelas análises realizadas.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), pela bolsa de estudos.

Às demais pessoas que por um momento fizeram parte dessa minha fase de forma positiva. Guardarei todos em pensamento com muito carinho.



## SUMÁRIO

<b>LISTA DE FIGURAS.....</b>	<b>VII</b>
<b>LISTA DE TABELAS.....</b>	<b>VIII</b>
<b>LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS .....</b>	<b>IX</b>
<b>RESUMO.....</b>	<b>X</b>
<b>SUMMARY.....</b>	<b>XI</b>
<b>I – REFERENCIAL TEÓRICO.....</b>	<b>1</b>
<b>1. INTRODUÇÃO .....</b>	<b>1</b>
<b>2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....</b>	<b>3</b>
<b>2.1. Inhambu - <i>Dioscorea trifida</i> L.....</b>	<b>3</b>
<b>2.2. Amido.....</b>	<b>4</b>
2.2.1. Propriedades tecnológicas do amido .....	7
2.2.1.1. Solubilidade e intumescimento dos grânulos de amido.....	7
2.2.1.2. Capacidade de absorção de água e óleo do amido.....	8
2.2.1.3. Geleificação do amido .....	9
2.2.1.4. Sinérese dos géis de amido.....	10
2.2.1.5. Transparência da pasta de amido.....	11
<b>2.3. Aplicação dos amidos: uma relação com suas características.....</b>	<b>12</b>
<b>2.4. Amido Modificado .....</b>	<b>13</b>
2.4.1. Modificação química.....	13
2.4.1.1. Amido modificado por acetilação.....	14
<b>II – OBJETIVOS GERAIS .....</b>	<b>17</b>
<b>1. OBJETIVO GERAL .....</b>	<b>17</b>
<b>2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS .....</b>	<b>17</b>
<b>III - MATERIAL E MÉTODOS .....</b>	<b>18</b>
<b>1. MATERIAL.....</b>	<b>18</b>
<b>2. MÉTODOS .....</b>	<b>18</b>
2.1.1. Rendimento de extração do amido .....	19
<b>2.2. Modificação do amido .....</b>	<b>19</b>
2.2.1. Acetilação.....	19
2.2.1.1. Determinação da porcentagem do grupo acetil e grau de substituição (GS) do amido acetilado .....	19
<b>2.3. Caracterização química e físico-química do amido nativo e modificado .....</b>	<b>20</b>
2.3.1. Teor de amido total do amido nativo .....	20
2.3.2. Teor de amilose aparente e amilopectina do amido nativo e modificado .....	22
2.3.3. Análise de umidade, cinzas, proteínas, lipídios, pH, acidez e atividade de água dos amidos.....	23
2.3.4. Análise de cor dos amidos e géis .....	24
<b>2.4. Propriedades térmicas do amido nativo e modificado .....</b>	<b>24</b>
2.4.1. Análise termogravimétrica (TGA) .....	24
2.4.2. Calorimetria diferencial de varredura (DSC) .....	24
<b>2.5. Morfologia dos grânulos de amido nativo e modificado .....</b>	<b>24</b>
2.6.1. Microscopia Eletrônica de Varredura (SEM) .....	24
2.6.2. Difração de raio-X (DRX) .....	25
<b>2.6. Espectroscopia de Infravermelhos com transformadas de Fourier (FTIR) no amido nativo e modificado .....</b>	<b>25</b>
<b>2.7. Propriedades tecnológicas do amido nativo e modificado e perfil de textura dos géis.....</b>	<b>25</b>
2.7.1. Solubilidade e poder de intumescimento em função da temperatura.....	25
2.7.2. Solubilidade e poder de intumescimento em função do pH.....	26

2.7.3.	Capacidade de absorção de água e óleo .....	27
2.7.4.	Geleificação.....	27
2.7.5.	Perfil de Textura Instrumental (TPA) .....	27
2.7.6.	Sinérese .....	28
2.7.7.	Transparência da pasta .....	28
2.7.8.	Análise estatística.....	28
<b>III - RESULTADOS E DISCUSSÃO.....</b>		<b>29</b>
<b>1.</b>	<b>Rendimento de extração .....</b>	<b>29</b>
<b>2.</b>	<b>Porcentagem do grupo acetil e grau de substituição (GS) do amido de inhambu modificado.....</b>	<b>29</b>
<b>3.</b>	<b>Composição química e físico-química dos amidos .....</b>	<b>30</b>
<b>4.</b>	<b>Estabilidade térmica (TGA) dos amidos .....</b>	<b>32</b>
<b>5.</b>	<b>Calorimetria diferencial de varredura (DSC) dos amidos .....</b>	<b>34</b>
<b>5.</b>	<b>Morfologia dos grânulos de amido .....</b>	<b>36</b>
<b>6.</b>	<b>Difração de raios-X (DRX) .....</b>	<b>38</b>
<b>7.</b>	<b>Espectroscopia de Infravermelho com transformada de Fourier FTIR.....</b>	<b>40</b>
<b>8.</b>	<b>Propriedades tecnológicas do amido nativo e modificado e análise de textura</b>	<b>41</b>
8.1.	Efeito da temperatura no índice de solubilidade (IS) e no poder de intumescimento (PI) dos amidos.....	41
8.1.	Efeito do pH no índice de solubilidade (IS) e no poder de inchamento (PI) dos amidos.....	43
8.2.	Capacidade de absorção de água e óleo.....	46
8.3.	Concentração de geleificação mínima do amido nativo e modificado .....	47
8.4.	Sinérese do amido nativo e modificado .....	49
8.5.	Transparência da pasta do amido de inhambu nativo e modificado.....	50
<b>IV - CONCLUSÕES.....</b>		<b>52</b>
<b>V - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>		<b>53</b>

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 1.</b> Imagem do tubérculo inhambu - <i>Dioscorea trifida</i> L.....	4
<b>Figura 2.</b> Fórmula estrutural da amilose.....	5
<b>Figura 3.</b> Fórmula estrutural da amilopectina.....	5
<b>Figura 4.</b> Grânulos de amido em suspensão, em processos térmicos.....	9
<b>Figura 5.</b> Representação esquemática da retrogradação do amido.....	10
<b>Figura 6.</b> Curva TGA do amido de inhambu nativo (AN) e modificado (AM) por acetilação...33	
<b>Figura 7.</b> Termograma DSC de amido do inhambu nativo (AN) e modificado (AM) por acetilação. ....	35
<b>Figura 8.</b> Morfologia dos grânulos do amido de inhambu nativo (AN). ....	37
<b>Figura 9.</b> Morfologia dos grânulos do amido de inhambu modificado (AM) por acetilação. ....	37
<b>Figura 10.</b> Padrão de difração de raios-X (DRX) do amido de inhambu nativo (AN) e modificado (AM) por acetilação. ....	39
<b>Figura 11.</b> Espectro de transmissão na região do infravermelho para o amido de inhambu nativo (AN) e modificado (AM). ....	41
<b>Figura 12.</b> Valores experimentais e dados estatísticos para o índice de solubilidade (a) e poder de intumescimento (b) do amido nativo (AN) e modificado (AM) em função de diferentes temperaturas. ....	43
<b>Figura 13.</b> Valores experimentais e dados estatísticos para o índice de Solubilidade (a) e poder de intumescimento (b) em função do pH do amido de inhambu nativo (AN) e modificado (AM). ....	45
<b>Figura 14.</b> Gel do amido nativo (a) e amido modificado (b). ....	49
<b>Figura 15.</b> Valores experimentais e dados estatísticos para transparência da pasta em função do tempo do amido de inhambu nativo (AN) e modificado (AM).....	51

**LISTA DE TABELAS**

<b>Tabela 1.</b> Composição química e físico-química do amido de inhambu nativo e modificado ( <i>Dioscorea trifida</i> L.). .....	31
<b>Tabela 2.</b> Cor do amido de inhambu ( <i>Dioscorea trifida</i> L.) nativo e modificado. ....	32
<b>Tabela 3.</b> Capacidade de absorção de água (CAA) e óleo (CAO) do amido nativo e modificado de Inhambu ( <i>Dioscorea trifida</i> L.). .....	46
<b>Tabela 4.</b> Poder de geleificação do amido inhambu ( <i>Dioscorea trifida</i> L.) em diferentes concentrações.....	47
<b>Tabela 5.</b> Análise instrumental do perfil de textura (dureza) do amido inhambu ( <i>Dioscorea trifida</i> L.) nativo e modificado em diferentes concentrações. ....	48
<b>Tabela 6.</b> Cor do gel do amido de inhambu ( <i>Dioscorea trifida</i> L.) nativo e modificado. ....	49
<b>Tabela 7.</b> Sinérese dos géis de amido do amido de inhambu nativo e modificado. ....	49

**LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS**

<b>AN</b>	Amido nativo
<b>AM</b>	Amido modificado
<b>FAO</b>	Food and Agriculture Organization
<b>ANOVA</b>	Análise de Variância
<b>pH</b>	Potencial Hidrogeniônico
<b>µm</b>	Micrómetro
<b>TGA</b>	Análise termogravimétrica
<b>DSC</b>	Calorimetria Exploratória Diferencial
<b>MEV</b>	Microscopia Eletrônica de Varredura
<b>FTIR</b>	Infravermelho com Transformada de Fourier
<b>DRX</b>	Difração de raio X
<b>GS</b>	Grau de Substituição
<b>ΔH</b>	Variação de Entalpia
<b>T</b>	Temperatura
<b>T<sub>i</sub></b>	Temperatura Inicial
<b>T<sub>p</sub></b>	Temperatura de Pico
<b>T<sub>f</sub></b>	Temperatura Final
<b>AOAC</b>	Association Official Analytical Chemists
<b>IS</b>	Índice de Solubilidade
<b>PI</b>	Poder de Inchamento
<b>CAA</b>	Capacidade de Absorção em Água
<b>CAO</b>	Capacidade de Absorção de Óleo
<b>GLC</b>	Concentração mínima para formação de gel

## RESUMO

O amido é considerado um polímero natural, suas características destacam-se dos demais carboidratos e apresentam diversas aplicações industriais. Há um grande interesse no conhecimento de novas fontes de amido e na sua modificação, a fim de melhorar e ampliar seus aspectos. Assim, o objetivo deste trabalho foi o estudo das características do amido não convencional proveniente do inhambu (*Dioscorea trifida* L.) nativo e modificado por acetilação. Foram avaliadas propriedades químicas, físico-químicas, térmicas, morfológicas, estrutural e tecnológicas. A modificação química com anidrido acético resultou em baixo grau de substituição do grupo acetila, com 0,076. Observou-se que os amidos apresentaram alto conteúdo de amilose e grau de pureza devido aos baixos valores de cinzas, proteínas e lipídios. A análise termogravimétrica do amido nativo e modificado evidenciou estabilidade na faixa de temperatura de 120 °C a 255 °C, e a morfologia dos grânulos demonstrou formatos esféricos e de superfícies lisas, com tamanho pequenos e médios, variando de 5,06 µm a 15,44 µm para o AN e 8,08 µm a 19,23 µm AM. A introdução do grupo funcional foi confirmada pela espectroscopia de infravermelho (FTIR) em 1246 cm<sup>-1</sup> e 1717 cm<sup>-1</sup>. O tratamento com acetilação aumentou a solubilidade e o poder de inchamento em relação a temperatura, capacidade de absorção de água e óleo, além de melhorar a geleificação do amido, com concentração mínima de formação de gel (GLC) em 4%, maior transparência da pasta e baixa sinérese. Considerando as particularidades dos amidos nativo e modificado, conclui-se que houve diferença entre eles em diferentes análises, aumentando assim, o seu campo de aplicação.

**Palavras-Chaves:** amido não convencional; modificação química; análise termogravimétrica; espectroscopia de infravermelho.

## SUMMARY

Starch is considered a natural polymer, its characteristics stand out from the other carbohydrates and have various industrial applications. There is a great interest in knowledge of new sources of starch and in your modification, in order to improve and expand its aspects. Thus, the objective of this work was the study of the characteristics of non-conventional starch originating from inhambu (*Dioscorea trifida* L.) native and modified by acetylation. Properties were evaluated chemical, physico-chemical, morphological, structural, and thermal technology. The chemical modification with acetic anhydride resulted in a low degree of substitution of the acetyl group with 0.076. It was observed that the starches presented high amylose content and degree of purity due to the low values of ashes, proteins and lipids. The thermogravimetric analysis of native and modified starch evidenced stability in the temperature range of 120 °C to 255 °C and the morphology of the granules demonstrated spherical and smooth surface shapes with small to medium size, ranging from 5.06 µm to 15.44 µm for AN and 8.08 µm to 19.23 µm AM. The introduction of the functional group was confirmed by infrared spectroscopy (FTIR) at 1246 cm<sup>-1</sup> and 1717 cm<sup>-1</sup>. Treatment with acetylation increased solubility and the swelling power with respect to temperature, water and oil absorption capacity, In addition to improving the Gelation of starch, with minimum concentration of gel formation (GLC) in 4%, increased pulp transparency and low syneresis. Considering the peculiarities of the native and modified starches, concluded that there was no difference between them in different analyses, thus increasing, your field of application.

**Key words:** non-conventional starch; chemical modification; thermogravimetric analysis; infrared spectroscopy.

## I – REFERENCIAL TEÓRICO

### 1. INTRODUÇÃO

Em meio a diversidade de fontes botânicas de tubérculos, está o inhame (*Dioscorea sp*), uma planta herbácea, pertencente ao gênero *Dioscorea* da família Dioscoreaceae. São amplamente cultivados no mundo, no Brasil são produzidos principalmente nas regiões da Amazônia e Nordeste (RAMOS et al., 2014; HORNUNG et al., 2017). Em particular, o inhambu (*Dioscorea trifida* L.) é uma espécie de inhame com o alto teor de carboidratos, valor nutritivo e medicinal, porém, com baixa inserção no mercado nacional e internacional, cultivado poucas vezes no ano (SILVA et al., 2012; ZHANG et al., 2016).

Embora estes tubérculos contenham alto teor de amido variando de 70% a 85% de peso seco, portanto com alto potencial para a indústria, são geralmente ignoradas (ZHANG et al., 2012; HUANG et al., 2016). Nesse contexto, considerando o teor de amido do inhambu, os mesmos podem ser explorados na tecnologia de alimentos, sendo necessário conhecer sua composição e propriedades tecnológicas e assim sugerir aplicações industriais adequadas, sejam em usos alimentares e não alimentares (PÉREZ et al., 2013; HORNUNG et al., 2017).

Há uma crescente demanda e importância do uso de amidos em diversos setores industriais, por ser um produto não tóxico, com diversas características em que contribui para a aparência, estrutura e qualidade dos produtos (HORNUNG et al., 2016; QIN et al., 2016). No entanto, em sua forma nativa, o amido possui limitações para algumas aplicações industriais, devido à sua incapacidade de suportar condições de processamento tais como temperatura extrema, pH diverso, alta taxa de cisalhamento, além da alta tendência à retrogradação e insolubilidade em água fria (SING; KAUR, 2009; THYS et al., 2013; ASHOGBON; AKINTAYO, 2014). Assim, amidos são amplamente modificados para melhorar as propriedades tecnológicas e satisfazer os requisitos da indústria.

A funcionalidade do amido pode ser modificada por técnicas físicas, químicas, enzimáticas e genéticas (NEELAM; VIJAY; LALIT, 2012). A modificação química, por exemplo, tem sido usada para alterar o grupo hidroxila no amido nativo por grupo éster ou éter, promovendo mudanças estruturais que afetam as propriedades físicas, químicas e tecnológica dos mesmos, dentre elas apresenta-se os acetilados (BUSHRA; XU; PAN,



2013; GRANZA et al., 2015). A reação de amidos acetilados tem sido estudada para aplicações alimentares, sendo principalmente destinados na produção de filmes biodegradáveis. Suas propriedades dependem da fonte botânica, do grau de substituição, da relação entre amilose e amilopectina e de como a estrutura molecular do amido é modificada (SÁNCHEZ-RIVERA et al., 2010; BELLO-PÉREZ et al., 2010; COLUSSI et al., 2014).

Desta forma, é importante o uso de amido não convencional e agregação de valor à fonte botânica, portanto, o objetivo desta pesquisa foi o estudo das características químicas, físico-química, térmicas, morfológicas, estrutural e tecnológicas do amido de inhambu (*Dioscorea trifida* L.) nativo e modificado por acetilação.

## 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1. Inhambu - *Dioscorea trifida* L.

A *dioscorea* é o maior e mais importante gênero da família Dioscoreaceae, com aproximadamente 600 espécies conhecidas, apesar disso, apenas 10 são considerados relevantes na alimentação humana (LEBOT, 2009). São amplamente cultivados em regiões tropicais e subtropicais do mundo, apresentando alto teor de carboidratos e valor medicinal, além da grande diversidade de formas e cores (PÉREZ et al., 2013; ZHANG et al., 2016), tornando esses tubérculos de grande utilidade para a indústria alimentícia e farmacêutica (CORNET et al., 2014).

A produção mundial de *dioscorea* atinge 57.293.948,3 milhões de toneladas, em uma área produzida aproximadamente de 5.352.623,9 hectares, sendo destacada a Nigéria como maior produtora desse tubérculo, com 64,7% do fornecimento. No Brasil são cultivados 25.200 hectares e produzidas 244.142 toneladas, que equivale a um rendimento de 9,76 t.ha<sup>-1</sup>, sendo considerado um valor baixo para o potencial da fonte botânica (FAO, 2018). Apenas as espécies *D. alata* L., *D. cayennensis* Lam, *D. rotundata* Poir, *D. bulbifera* L. e *D. trifida* L. são cultivadas e consumidas no Brasil (SIQUEIRA et al., 2014). São produzidas principalmente nas regiões da Amazônia, Nordeste, Centro-Oeste, Sul e Sudeste do Brasil (RAMOS et al., 2014; MENDES, SILVA e FAVERO, 2013). Com destaque para a região do Nordeste, tendo como referência nos estados da Paraíba, Pernambuco, Alagoas, Bahia e Piauí (CARVALHO; CARVALHO, 2018).

A principal variedade nestes estados é o inhambu (Figura 1), uma planta monocotiledônea, pertencente à família Dioscoreaceae, trepadeira, herbácea, do gênero *Dioscorea* L. (RACHED et al., 2006), conhecido também como inhame mimoso (CARVALHO; CARVALHO, 2018). São caracterizados por pequenas raízes tuberosas, com cerca de 15 cm de comprimento, sendo ainda apreciadas pelo sabor e textura fina de seus tubérculos (RACHED et al., 2006).

Embora haja controvérsias em relação à origem dessa espécie, acredita-se que a *Dioscorea trifida* L. tenha se originado na fronteira entre o Brasil, Guiana, Guiana Francesa e o Suriname (PEDRALLI, 1998). Provavelmente tenha sido a primeira espécie de inhame cultivada por povos indígenas e imigrantes da Europa e da África na Amazônia (LEBOT, 2009; BOUSALEM et al., 2010).

Mesmo que tenha sido relatado com propriedades promissoras, como alta qualidade nutritiva, importância culinária e geocultural para algumas comunidades

brasileiras a *D. trifida*, pouco foi observado sobre seu cultivo em base comercial, como também, estudos realizados para explorar seu potencial e desenvolver estratégias de conservação e usos para essa cultura (NASCIMENTO et al., 2013; PÉREZ et al., 2013).

Assim, o emprego de técnicas que venham a aumentar a produtividade e a qualidade desta matéria prima é relevante, possibilitando assim, o potencial do inhambu na produção do amido. O estudo aprofundado de uma fonte não convencional de amido, como o inhambu, pode fornecer opções para ampliar o espectro das características desejadas e necessárias em diversos setores industriais, seja na forma nativa ou modificada.



**Figura 1.** Imagem do tubérculo inhambu - *Dioscorea trifida* L.

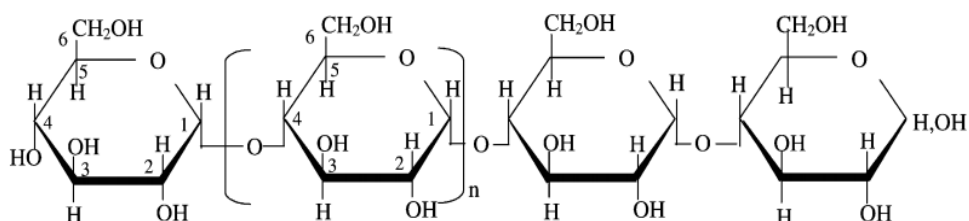
Fonte: Autor.

## 2.2. Amido

O amido é o principal carboidrato de reserva alimentar predominante das plantas, fonte primária de energia armazenada, fornecendo 70% a 80 % das calorias consumidas pelo homem no mundo (DAMODARAN; PARKIN; FENNEMA, 2010). É diferenciado da maioria dos carboidratos por ser encontrado na forma de grânulos (VAMADEVAN et al., 2013). Formado por polímeros de glicose, este carboidrato apresenta uma estrutura complexa desenvolvido nos plastídios das plantas superiores, denominados cromoplastos das folhas e amiloplastos de órgãos de reserva, sendo composto por dois componentes principais na sua estrutura interna, amilose e amilopectina, além de alguns componentes menores, como proteínas e lipídios (TANACKOVIC et al., 2014; JAISWAL; KUMAR, 2015; XIA et al., 2015).

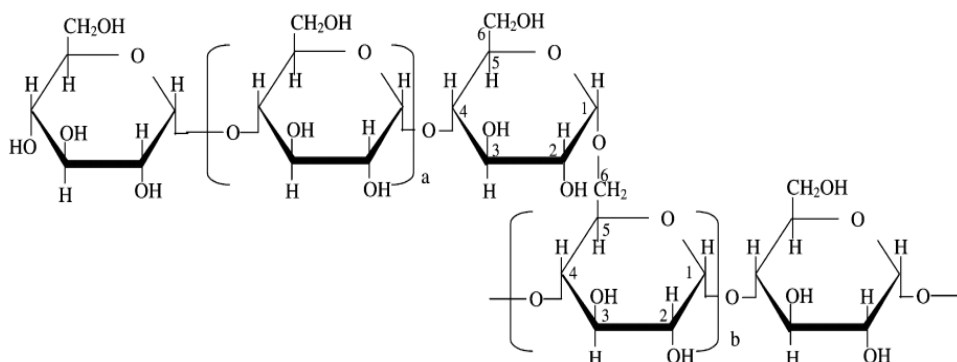
A amilose (Figura 2) compõe 25% a 30% do grânulo de amido, possui uma estrutura essencialmente linear unidas por ligações glicosídicas  $\alpha$ -1,4, muitas moléculas contêm 0,3%-0,5% de ramificações (ligações  $\alpha$ -1,6). Apresenta grau de polimerização entre 500 e 2000 unidades de glicose e massa molecular média de  $10^6$  Dalton. Já

amilopectina (Figura 3), considerada um dos maiores polímeros naturais compreende cerca de 70 a 75% do grânulo de amido, é uma macromolécula altamente ramificada, com unidades de glicose unidas em  $\alpha$ -1,4, e  $\alpha$ -1,6 (4% e 5%). Compreende grau de polimerização da ordem de  $10^4$  a  $10^5$ , massa molecular média  $10^7$  até  $5 \times 10^8$  Dalton e comprimento variável das ramificações, sendo comum a presença de 20 a 30 unidades de glicose (TESTER; KARKALAS; QI, 2004; DAMODARAN; PARKIN; FENNEMA, 2010; XU et al., 2017).



**Figura 2.** Fórmula estrutural da amilose.

Fonte: Tester; Karkalas; Qi, 2004



**Figura 3.** Fórmula estrutural da amilopectina.

Fonte: Tester; Karkalas; Qi, 2004.

A amilopectina está presente em todos os amidos e é considerada mais importante dos polímeros, pois devido sua estrutura e funcionalidade é capaz de formar o grânulo sozinha (DENARDIN; SILVA, 2009; DAMODARAN; PARKIN; FENNEMA, 2010). Os amidos podem ser constituídos inteiramente de amilopectina, classificados como cerosos, como também apresentar baixo e alto conteúdo de amilose.

A determinação do teor de amilose consiste na maioria das vezes na capacidade da estrutura normal de espiral em interagir com iodo, constituindo a formação de complexos com coloração azul, o que possibilita a quantificação do teor de amilose no grânulo (DENARDIN; SILVA, 2009). O alto teor de amilose normalmente resulta em

grânulos secos e soltos que podem endurecer depois do contato com a água à temperatura de resfriamento; baixo teor resulta em grânulos macios, aquosos e pegajosos no cozimento (MINGOTTE; HANASHIRO; FORNASIERI FILHO, 2012).

A proporção relativa de amilose e amilopectina, organização e distribuição de comprimento da cadeia dentro dos grânulos de amido dependem das fontes botânicas, variedades de uma mesma espécie e em uma mesma variedade, de acordo com o grau de maturação da planta (TESTER; KARKALAS; QI, 2004), resultando em propriedades físico-químicas e tecnológicas diferenciadas, como também na suscetibilidade para modificações químicas e físicas. Mudanças de fontes botânicas para obtenção do amido têm influência na textura de gel, cristalinidade e sobre as propriedades de digestão do amido, utilização em alimentos e outras aplicações industriais (SYAHARIZA et al., 2013; UTRILLA-COELLO et al., 2014; XU et al., 2017).

Os grânulos adquirem formas e tamanhos prescritos pelo sistema biossintético e pela condição física imposta pelo contorno do tecido. Podem apresentar diversas formas como: esféricas, oval, poliédrica, irregulares, elipsoidal e polígonos, com tamanhos de partículas variando entre 0,5  $\mu\text{m}$  a 100  $\mu\text{m}$  (ZHANG; HAMAKER, 2012; ASHOGBON; AKINTAYO, 2014). Estas características aliadas ao arranjo dos componentes nas regiões amorfas e cristalinas influenciam fortemente nas propriedades dos grânulos de amido (BELLO-PÉREZ; MONTEALVO; ACEVEDO, 2006).

O amido é, provavelmente, o material mais promissor para uma variedade de aplicações, devido à sua fácil disponibilidade, baixo custo, potencial ecológico e renovável (SAVADEKAR; MHASKE, 2012; ZHANG et al., 2015). As principais reservas de amido são encontradas nos cereais (40 a 90%), raízes (30 a 70%), tubérculos (65 a 85%), legumes (25 a 50%) e frutas imaturas ou verdes (40% a 70%) (SANTANA; MEIRELES, 2014). As fontes de amido mais utilizadas são: milho, batata, arroz, mandioca e o trigo. Devido ao crescente desenvolvimento da sociedade e tecnologia, amidos de diferentes genótipos e fontes botânicas têm sido estudados, com o objetivo de determinar suas propriedades e assim verificar a viabilidade de uso pelas indústrias (CORREIA; NUNES; COSTA, 2013; LI et al., 2014).

O amido apresenta grande relevância industrial e nutricional, sendo utilizado como matéria-prima em diversas atividades industriais como de alimentos, papelaria, têxtil, farmacêutica, cosméticos, adesivos, produtos químicos e de rações animais (QIN et al., 2016; HORNING et al., 2016a; HORNING et al., 2016b). São utilizados em muitas aplicações como de espessante, agente de volume, agente gelificante, estabilizante

coloidal ou agente de retenção de água, bons reguladores e estabilizadores de textura (MADRUGA et al., 2014), entre outros. Às características específicas dos amidos, tais como, a morfologia, propriedades estruturais, térmicas e tecnológicas terão uma grande influência no uso do amido.

## 2.2.1. Propriedades tecnológicas do amido

### 2.2.1.1. Solubilidade e intumescimento dos grânulos de amido

A solubilidade é expressa como a porcentagem (em massa) da amostra que é dissolvida após o aquecimento e pode ser determinada na mesma suspensão. De acordo com Sing e colaboradores (2009) o poder de intumescimento é a capacidade dos grânulos de amido se hidratarem de forma irreversível, quando a suspensão de amido-água é submetida ao aquecimento. A elevação da temperatura promove a diminuição das ligações de hidrogênio, conseqüentemente a perda de sua estrutura cristalina, promovendo o aumento da mobilidade da molécula de amido e a lixiviação de componentes solúveis, o que implica no aumento da solubilidade e tamanho do grânulo (UTRILLA-COELLO et al., 2014; SINGH; GEVEKE; YADAV, 2017).

O poder de intumescimento e a solubilidade evidenciam a magnitude da interação entre as redes dentro das áreas cristalina e amorfa do grânulo de amido. Durante o processo de aquecimento da suspensão amido-água, a estrutura cristalina é quebrada, junto com a ruptura das ligações de hidrogênio. A relação entre o teor de amilose e amilopectina e as características de cada fração, referente ao peso molecular, distribuição, grau, comprimento e conformação da ramificação, influenciam diretamente no aumento do tamanho e solubilidade dos grânulos de amido (UTRILLA-COELLO et al., 2014).

O aumento na solubilidade, claridade e viscosidade da pasta de amido são decorrências diretas do intumescimento, além disso, estas propriedades são dependentes do pH e da temperatura (SING et al., 2009). O poder de intumescimento é beneficiado pelo teor de amilopectina, enquanto a amilose e os lipídios o inibem (AKANBI; NAZAMID; ADEBOWALE, 2009). Amidos com alto conteúdo de amilose acarreta em limitações no seu inchamento mesmo após um período prolongado de aquecimento, já que, o aumento do grânulo de amido só prossegue rapidamente depois da amilose ter sido exsudada, resultando no aumento da solubilidade da suspensão de amido. Dessa forma, a pasta formada é uma mistura de grânulos inchados, fragmentados e grânulos coloidais molecularmente dispersos (MELO NETO et al., 2016).

Esses parâmetros diferem de acordo com a fonte botânica, morfologia, organização e estrutura dos grânulos. Amidos de cereais, como por exemplo o milho, apresentam limitação no intumescimento, entretanto, amidos de tubérculos e raízes como batata e mandioca dispõem de elevado intumescimento a temperaturas baixas, o que indica interações mais fracas e uniformes (LEACH; McCOWEN; SCHOCH, 1959).

#### 2.2.1.2. Capacidade de absorção de água e óleo do amido

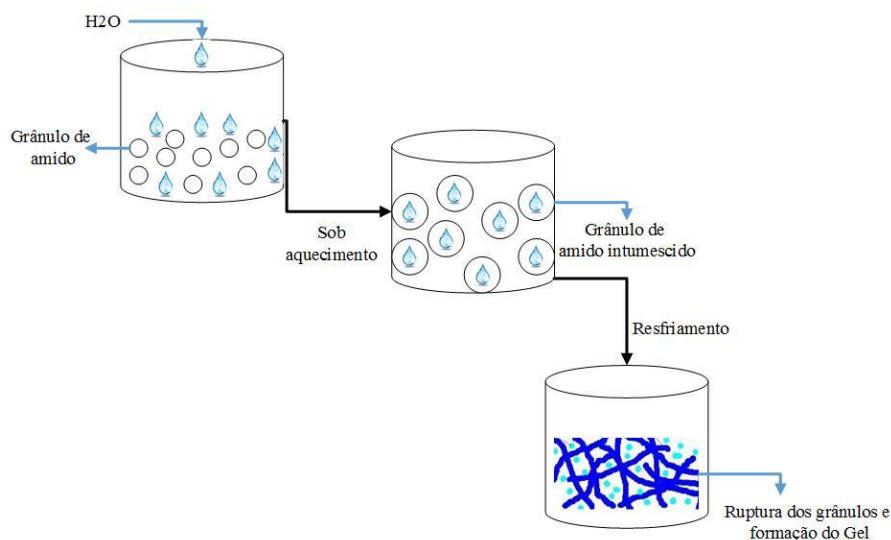
A capacidade de absorção de água é uma das propriedades tecnológicas fundamentais do gel, onde a água é aprisionada na sua estrutura ou simplesmente é retida na malha gelificada. Para determinação deste parâmetro, na maioria das pesquisas são seguidas metodologias com a força de centrifugação e a água liberada do gel. É importante resaltar que, neste tipo de procedimento, a velocidade de centrifugação é relativamente elevada e a quantidade de água expelida vai depender não só da capacidade intrínseca do gel de reter a água, tal como da compressibilidade do próprio gel, esse fator implicará em menor quantidade de água retida (HINRICHS; GOTZ; WEISSER, 2003).

Apenas os grânulos de amido que dispõem de grupos hidrofílicos podem absorver água em temperatura ambiente. Quando o amido é submetido à ação da energia térmica ou mecânica de maior grandeza a sua capacidade de absorção de água é reduzida, mostrando perda da integridade molecular do amido (SRIBURI; HILL, 2000). Segundo Rickard; Asaoka e Blanshard (1991), as moléculas de água fixadas nas macromoléculas, são denominadas de água ligada e exprimem a possibilidade em formar ligações fracas não covalentes na superfície molecular. Dessa forma, as características de expansão dos grânulos de amido são influenciados pelo teor de água ligada associada aos grânulos.

A elevada capacidade de absorção de água é desejável para o preparo de sopas, mingaus e pudins instantâneos (TORRES et al., 2005), e amidos com baixa CAA são indicados para produtos que requerem tanto baixa retenção de água como de gordura, melhorando características texturais como, por exemplo, a crocância do produto (SANTOS, 2011). Enquanto que, amidos com alta capacidade de absorção de óleo são indicados para produtos com característica emulsificante (como maionese), massas de bolos, e molhos para salada. Este parâmetro atua aprimorando a palatabilidade e retenção de sabor em tais produtos (CHANDI; SOGI, 2007). Já a baixa capacidade de absorção de óleo pode atuar como bom atributo para aplicação em produtos de fritura.

### 2.2.1.3. Geleificação do amido

De acordo com Damodaran, Parkin e Fennema (2010) e Wang e colaboradores (2017) os grânulos de amido gelatinizado (aquecimento em presença de água) formam uma pasta viscosa em uma solução macromolecular. Após o resfriamento, a pasta pode se transformar em um gel firme e viscoelástico, dependendo da concentração das soluções e da velocidade do resfriamento, como demonstrado na Figura 4 (SANTOS et. al., 2016).



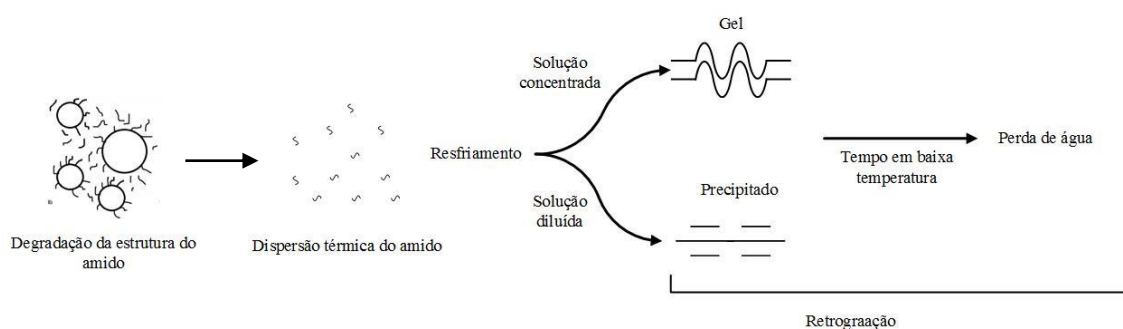
**Figura 4.** Grânulos de amido em suspensão, em processos térmicos.

Fonte: Autor

As soluções concentradas quando resfriadas rapidamente proporcionam a formação de géis, porém, a sua diluição pode possibilitar a precipitação (Figura 5). A geração desses precipitados é decorrente da formação de ligações intermoleculares da fração linear, o que não acontece imediatamente com a amilopectina, uma vez que, essa associação é impossibilitada pelas suas ramificações. Este processo é denominado retrogradação do amido (IZIDORO et al., 2011).

A geleificação é um processo que ocorre quando as moléculas de amido vão diminuindo a energia, e as ligações de hidrogênio entre os grupos hidroxilas se tornam mais fortes entre as moléculas de amilose adjacentes, contribuindo para a reassociação de uma estrutura mais ordenada, com formação de zonas de junção que promovem a formação de áreas cristalinas, propiciando a firmeza e aumento da opacidade do gel (DENARDIN; SILVA, 2009).





**Figura 5.** Representação esquemática da retrogradação do amido.

Fonte: Autor

Conforme Damodaran; Parkin e Fennema (2010), o gel é uma rede tridimensional contínua de moléculas ou partículas conectadas que retém um grande volume de uma fase líquida contínua. Os géis dispõem de características sólidos e dos líquidos, com isto, sua estrutura evidencia resistência suficiente para se comportar de forma semelhante a um sólido elástico, quando submetida a uma força. No entanto, a fase líquida contínua, na qual as moléculas são completamente móveis, torna o gel menos rígido do que um sólido comum, levando-o a se comportar-se, em certos aspectos, como um líquido viscoso.

As características dos géis dependem da relação amilose/amilopectina e distribuição do tamanho da cadeia. A amilose retrograda mais rapidamente e é responsável por mudanças na textura ocorridas nos géis de amido durante as primeiras horas de armazenamento refrigerado e formam estruturas cristalinas de duplas hélices, com ponto de fusão de 140 °C a 180 °C. Por outro lado, a agregação de amilopectina retrograda em uma taxa muito menor durante um longo período de tempo e formam cristais menos estáveis, com ponto de fusão menor, aproximadamente, 45 °C a 60 °C. Ambas se mantêm por longo período de tempo (JACOBSON et al., 1997; THARANATHAN, 2002; DENARDIN; SILVA, 2009).

Além disso, outros elementos são fundamentais nesse processo, como a fonte botânica do amido, condições de aquecimento e resfriamento, temperatura e tempo de armazenamento, pH e presença de outros componentes como lipídeos e açúcares (CUNHA, 2008).

#### 2.2.1.4. Sinérese dos géis de amido

O envelhecimento do gel ou variações nas temperaturas de armazenamento confere aos polímeros do grânulo uma tendência a interagir fortemente entre si e, assim, expulsar a água para fora do sistema (SODHI; SINGH, 2003; LAJOLO e MENEZES,

2006). Oliveira e colaboradores (2012), relataram que essa propriedade é um parâmetro que auxilia na avaliação da estabilidade do gel do amido no processamento de alimentos, principalmente na etapa de estocagem. A formação do gel instável pode resultar em falhas tecnológicas como envelhecimento de pães, perda de viscosidade e formação de precipitados em sopas e molhos (DAMODARAN; PARKIN; FENNEMA, 2010).

A sinérese é consequência da reassociação contínua recristalização de polímeros de amido geleificado durante o resfriamento, um processo determinado pela quantidade de água liberada dos géis durante o armazenamento. Sua ocorrência é consequência da retrogradação de géis do amido quando submetido a ciclos de refrigeração/congelamento e descongelamento (SODHI; SINGH, 2003).

É importante caracterizar um tipo de amido em termos de sua aplicabilidade em alimentos que devem ser refrigerados e/ou congelados, visto que a liberação de água é geralmente prejudicial à qualidade do produto final (SILVA et al., 2006), como por exemplo, em produtos prontos como pudins, flans e musse.

#### 2.2.1.5. Transparência da pasta de amido

A transparência da pasta do amido pode tender da transparência a opacidade. A classificação da pasta depende da sua estrutura, a dispersão da luz é resultante da associação da amilose e de outros componentes presentes no amido (FALADE; AYETIGBO, 2017). Quando as cadeias do amido estão menos associadas após a formação da pasta, com menos estrutura granular, a passagem da luz é facilitada, gerando pasta transparente. No entanto, a presença de estrutura granular mais compacta, organizada e a reorganização dos componentes moleculares dos grânulos de amido entre as cadeias, dificulta a passagem de luz, assim uma pasta mais opaca é formada.

As diferenças na transparência da pasta em amidos podem ser atribuídas às diferenças genéticas das cultivares e propriedades peculiares de seus grânulos de amido, bem como a composição de amilose e amilopectina (FALADE; AYETIGBO, 2015; FALADE; AYETIGBO, 2017). Independente dos fatores estéticos, a claridade da pasta de amidos tem associação com outras características tecnológicas. De maneira geral, amidos com alta tendência a retrogradação constituem pastas mais opacas, pois a maior compactação das moléculas dificulta a passagem de luz.

A claridade da pasta é uma característica importante para aplicação do amido em alimentos a depender das exigências do produto que será aplicado. A transparência é um parâmetro favorável para aplicação, por exemplo: na cobertura e como espessantes em

recheios de torta (ZHENG; SOSULSKI, 1998), geleias, pastas de frutas e formulações de filmes (WU et al., 2014; SAGUILÁN et al., 2014). Já que, a claridade de uma pasta de amido afeta diretamente o brilho e aparência de produtos que contêm amido como espessante (FALADE; AYETIGBO, 2017). Pastas mais opacas, podem ser ideais para confecção de pudins, sobremesas prontas e em molhos para saladas (PERERA; HOOVER, 1999).

### **2.3. Aplicação dos amidos: uma relação com suas características**

A aplicabilidade do amido na indústria, não só de alimentos, mais numa visão geral, torna o amido um dos ingredientes e/ou aditivos mais essenciais ao setor industrial. A diversidade de aplicações e suas características elementares em provocar alterações satisfatórias a um produto, seja na fabricação, apresentação ou na conservação, o torna importante (STARCH EUROPE, 2018).

Dentre os principais setores de importância na determinação de usos potenciais de amidos na indústria de alimentos podem se destacar, os produtos de panificação; os alimentos processados, como compotas, geleias e conservas de frutas, congelados, sopas instantâneas e molhos, produtos de carne e peixe; os confeitos, os chocolates e as bebidas, além das sobremesas e dos produtos lácteos (STARCH EUROPE, 2018).

O amido de milho normal (25-28% amilose) por exemplo, se caracteriza pela formação de um gel consistente, bastante utilizado em sopas desidratadas e molhos que requerem viscosidade a quente, porém não é indicado para produtos que necessitem ser refrigerados, devido à elevada tendência a retrogradação. Por outro lado, amido de milho ceroso apresenta maior estabilidade a baixas temperaturas, pelo fato de praticamente não possuir amilose. Os géis feitos com esse amido são fracos, altamente viscosos no cozimento, claros e coesivos (PARKER; RING, 2001).

De acordo com as propriedades tecnológicas, amidos com características de alta capacidade de absorção de água e óleo, tende a formar pasta com baixa dureza e baixa tendência à retrogradação. Amidos com essas características tem potencial para ser utilizado como agente espessante e estabilizante em sistemas alimentícios e como ingrediente para filmes comestíveis e embalagens (CASTRO et al., 2018).

O tamanho dos grânulos de amido também está relacionado com algumas características para sua aplicabilidade. De acordo com Malinski et al. (2003) pequenos grânulos, poderiam alcançar até 50% de substituição de gordura em sobremesas congeladas. Os amidos de 2-8  $\mu\text{m}$ , em forma crua ou gelatinizados, podem ser capazes

de servir como substitutos naturais de gordura em sorvetes (MASON et al., 2009) e salsichas (SETSER; RACETTE, 1992). Essa característica de substituto de gordura, está relacionada com a sensação na boca, semelhante à de uma gordura, que os pequenos amidos micro granulares fornecem e é frequentemente atribuída a pequeno tamanho de partícula (JOLY; ANDERSTEIN, 2009) de um modo semelhante ao da proteína micro particulada.

O interesse em fontes alternativas de amido de diversos cultivares tem apresentado grande viabilidade, uma vez que, o aumento da demanda por propriedades específicas nos amidos requer novas estratégias ou novas fontes. No entanto, os amidos nativos têm limitações em função das condições de processamento, como alta tendência à retrogradação, baixa resistência ao esforço de cisalhamento, sensibilidade ao pH e ao calor, insolubilidade em água fria, baixa transmissão de luz, baixa solubilidade, barreiras precárias em comparação com os polímeros sintéticos (REDDY et al., 2014). Assim, é necessário tornar amidos nativos em ingredientes adequados, por exemplo por meio de processos de modificação física, genética, enzimática ou química (HORNUNG et al., 2016a; ZHANG et al., 2016; HORNUNG, 2017), para satisfazer as exigências de diferentes setores industriais, ampliando sua utilização e proporcionando produtos amiláceos para usos específicos.

## **2.4. Amido Modificado**

Amidos modificados são ingredientes e aditivos úteis, funcionais e abundantes. A modificação do amido realizada por tratamento físico pode ser pelo uso do calor ou umidade, já o químico a partir da hidrólise ácida, cross-linking (ligação cruzada), oxidação, succinilação, acetilação (amido estabilizado), fosfatação, método combinado (CHEN et al., 2015). A fonte de amido, as condições e os métodos usados têm grande efeito sobre as características do amido modificado (CHEN et al., 2015).

### **2.4.1. Modificação química**

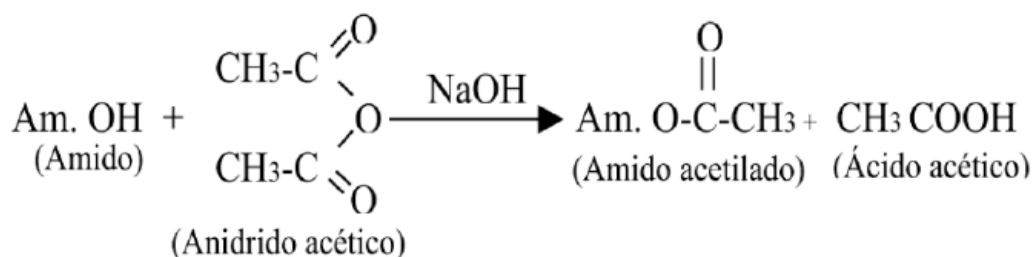
De acordo com Bushra, Xu e Pan (2013) a modificação química do amido tem sido frequentemente realizada para substituir o grupo hidroxila no amido nativo por grupo éster ou éter. A introdução de grupos funcionais dentro da estrutura do amido, pode resultar em mudanças nos parâmetros físico-químicos, como também, no comportamento de empastamento, gelatinização, solubilidade, digestibilidade; diminuir a sinérese; conceder estabilidade referente a oscilações de temperatura, estocagem a frio e ao

cisalhamento, tal como, aumentar a consistência, melhorar a maciez e claridade da pasta e adicionar grupamentos hidrofóbicos ou hidrofílicos (MIAO et al., 2014; CHEN et al., 2015; KEMAS et al., 2017).

Dessa forma, os amidos modificados quimicamente são amplamente utilizados nas indústrias alimentares devido às suas diferentes funcionalidades. A reação química escolhida, assim como o nível de modificação adotado, pode alterar completamente suas características (GRANZA et al., 2015).

#### 2.4.1.1. Amido modificado por acetilação

A acetilação é um dos métodos mais comuns de modificação química do amido, é obtida pela esterificação de amido nativo com anidrido acético (Equação química 1) ou acetato de vinilo na presença de um catalisador alcalino, por exemplo, hidróxido de sódio (NaOH), hidróxido de potássio (KOH), hidróxido de cálcio (Ca(OH)<sub>2</sub>), carbonato de sódio (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) (HUANG et al., 2007). As reações de acetilação são tipicamente realizadas em água.



#### **Equação química.** Modificação com anidrido acético.

As propriedades e função do amido acetilado dependem da fonte botânica de amido, tipo de substituinte, sua quantidade em relação ao amido, valor de pH, temperatura e duração da reação, do grau de substituição, da relação amilose/amilopectina e de como a estrutura molecular do amido é modificada (BELLO-PÉREZ et al., 2010). É classificado de acordo com o grau de substituição (GS) variando de baixo (0,01-0,2) a alto (>1,0) (BUSHRA; XU; PAN, 2013). Amidos acetilados com um baixo grau de substituição utilizados com o objetivo de promover melhoria na textura dos alimentos, formação de filme, ligação e texturização, alto poder de espessamento, baixa temperatura de gelatinização, clareza de alimentos cozidos, e redução da tendência à retrogradação, por isso tem sido aplicado na indústria alimentícia por muitos anos (BELLO-PÉREZ et al., 2010; ZIEBA; SZUMNY; KAPELKO, 2011). Isso se deve principalmente, à introdução de grupos acetila, que interrompem a estrutura ordenada do amido nativo e reduzem a

interação eletrostática da amilose e da amilopectina (HONG et al., 2016). O amido com alto grau de substituição também apresenta boas propriedades e aplicações, como a hidrofobicidade e seu uso como substitutos de acetato de celulose termoplásticos (GRAAF et al., 1995).

Os primeiros amidos acetilados foram descritos na literatura há cerca de 153 anos, com pesquisa sobre a possibilidade desta modificação em 1865, mesmo assim, ainda estão sendo estudados até hoje em diferentes fontes de amido e lugares de todo o mundo, oferecendo ao mercado produtos preparados com o amido acetilado (BUSHRA; XU; PAN, 2013; GOLACHOWSKI et al., 2015). São aplicados na indústria alimentícia como aditivos alimentares que afetam a consistência e a estabilidade dos produtos alimentícios, como também utilizados em indústrias não alimentares, incluindo indústrias farmacêutica e têxtil, bem como na produção de embalagens biodegradáveis (GOLACHOWSKI et al., 2015). A seguir estão algumas pesquisas encontradas na literatura em amidos de tubérculos acetilados, com suas diversas características:

Ao analisarem amidos de batatas modificadas os autores Arijaje et al. (2014), observaram a redução da retrogradação e temperatura de fusão, no entanto, aumento da hidrofobicidade e dos valores de entalpia; Muhamedbegović et al. (2012) demonstraram que todos os amidos modificados apresentaram menor temperatura de gelatinização, de entalpia e retrogradação, e aumento na solubilidade e poder de inchamento em relação ao amido nativo.

Awolu e Olofinlae (2016) avaliaram propriedades físico-químicas, tecnológicas do amido de inhame (*Dioscorea alata*) nativo e quimicamente modificado, e aplicaram em iogurte. Com a acetilação reduziu a gordura, cinzas, proteína, teor de açúcar e amilose; melhoraram a geleificação; diminuiu a capacidade de absorção de água e aumentou a absorção de óleo; houve redução na claridade da pasta. Mendoza; Ruydiaz; Quintero (2016), avaliaram a modificação com anidrido acético em amido de inhame *Dioscorea alata* e *Dioscorea rotundata*, e apontaram pequenas mudanças na morfologia dos grânulos, um decréscimo no grau de cristalinidade associado a um leve aumento no teor de amilose aparente, diminuição na temperatura de gelatinização, apresentaram maior estabilidade, maior capacidade de absorção de água e melhor solubilidade que os amidos nativos.

Em pesquisa com amido de mandioca, Hong et al. (2016) confirmaram pela espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier a modificação química, demonstrando um pico característico (em  $1733\text{ cm}^{-1}$ ) e melhora na estabilidade dos géis

em condições de baixa temperatura. Nesse trabalho, a acetilação foi auxiliada por campos elétricos pulsados, a energia eficiente foi fornecida para acelerar a quebra de ligações e acelerar a substituição de grupos acetila, o que resultou em grupos mais hidrofóbicos, bem como uma superfície mais rugosa da nanoestrutura de grânulos de amido.

Kumoro, Retnowati e Budiyati (2010) analisaram as propriedades do acetato de amido de mandioca e perceberam que a acetilação inibiu a retrogradação do gel de amido, mudou o movimento molecular do amido, resultando em uma diminuição na temperatura de transição vítrea.

Mbougeng e colaboradores (2012) investigaram a influência da modificação pelo anidrido acético nas propriedades físico-químicas, tecnológicas e térmicas de amidos de batata e mandioca. Encontraram resultados maiores para o conteúdo de umidade e amilose em comparação com os nativos. A microscopia eletrônica de varredura não revelou diferenças significativas entre a morfologia externa (tamanho e forma) dos amidos nativos e acetilados. A capacidade de ligação à água e a solubilidade também aumentaram em altas temperaturas. Diminuiu o pH, a temperatura de gelatinização e a entalpia de gelatinização.

A acetilação do amido de *B. aethiopicum* segundo Kemas et al., (2017) foi confirmado também com o uso da técnica de FTIR, a presença de grupos acetila. Esta modificação resultou em melhor solubilidade e poder de intumescimento, formação de géis visco elásticos sem necessidade de aquecimento e inibição da sinérese.

Sodhi e Singh (2005) afirmam que as condições de reação de acetilação propiciam maior rendimento quando obtidas utilizando anidrido acético e solução diluída de hidróxido de sódio, enquanto se faz a manutenção do pH na faixa ótima de 8,0 a 8,4 (25 °C), durante o curso da reação.

Assim, o amido modificado quimicamente por acetilação apresenta grande potencial, por melhorar em vários aspectos, principalmente nas propriedades tecnológicas, podendo ser amplamente utilizados a depender da individualidade de cada amido estudado.

## II – OBJETIVOS GERAIS

### 1. OBJETIVO GERAL

- ✓ Caracterizar o amido de inhambu nativo (*Dioscorea trifida* L.) e modificado quimicamente por acetilação.

### 2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- ✓ Realizar a modificação química por acetilação do amido de inhambu;
- ✓ Determinar a composição química e físico-química do amido nativo e modificado;
- ✓ Avaliar as propriedades térmicas por Análise termogravimétrica (TGA) e Calorimetria diferencial de varredura (DSC) dos amidos;
- ✓ Analisar a morfologia por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV), Difratometria de Raio-X e estrutura por Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) dos amidos;
- ✓ Avaliar as propriedades tecnológicas (solubilidade e intumescimento com relação a temperatura e pH, capacidade de absorção de água e óleo, geleificação, sinérese e transparência da pasta) dos amidos.



### III - MATERIAL E MÉTODOS

#### 1. MATERIAL

A matéria prima utilizada nesse estudo para obtenção do amido foi o inhambu (*Dioscorea trifida* L.), adquirido nas plantações da propriedade do Instituto Federal de Baiano, do campus de Uruçuca, Brasil (14° 35' 35" S/39° 17' 04" W). Após a colheita os mesmos foram utilizados para a extração do amido. Os demais materiais foram: água destilada (5 °C), água destilada, bisulfito de sódio (NaHSO<sub>3</sub>) P.A., álcool etílico absoluto, antrona, ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), D-glicose, iodo, ácido acético (C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O<sub>2</sub>), hidróxido de sódio (NaOH) P.A., amilose pura de batata, iodeto de potássio, hexano, alaranjado de metila, verde de bromocresol, fenolftaleína, ácido bórico.

A extração do amido de inhambu foi realizada no Instituto Federal Baiano (IFBAIANO), do campus de Uruçuca – Bahia. A modificação química por acetilação do amido nativo e as características químicas, físico-químicas, morfológica (DRX), estrutural (FTIR) e tecnológicas dos amidos foram executados nos Laboratórios da Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia (UESB), campus de Itapetinga – Bahia. As propriedades térmicas (TGA e DSC) do amido nativo e modificado foram analisadas na Universidade Federal de Lavras (UFLA), campus Lavras – Minas Gerais, e a morfologia (MEV) na Universidade Estadual de Santa Cruz (UESC), campus Ilhéus – Bahia.

#### 2. MÉTODOS

##### 2.1 Extração e purificação do amido

O amido foi obtido a partir do inhambu (*Dioscorea trifida* L.) pelo método descrito por Melo Neto et al. (2016), utilizando o princípio da insolubilidade. Inicialmente, os tubérculos foram separados de contaminantes e impurezas, selecionadas, sanitizadas em água clorada (100 ppm) durante 15 minutos, lavadas em água corrente, descascadas, trituradas em um liquidificador industrial (basculante, marca Colombo). Logo, as misturas foram filtradas em peneiras com aberturas de 100 mesh (0,149 mm) e 200 mesh (0,079 mm) e o resíduo foi descartado. Posteriormente, a massa decantada foi lavada quatro vezes com água gelada, filtrada e seco a 35 °C durante aproximadamente 12 horas, em estufa com circulação de ar. Em seguida, o amido adquirido foi peneirado (48 mesh) e armazenado em sacos de polietileno até análises posteriores.

### 2.1.1. Rendimento de extração do amido

O rendimento de extração (Equação 1) do amido de inhambu foi calculado em base seca pela razão entre a massa do amido extraído e massa de matéria prima estudada (sem casca), sendo expresso em porcentagem.

$$\text{Rendimento (\%)} = \frac{\text{Peso amido seco (g)}}{\text{Peso inhambu (g)}} \times 100 \quad (1)$$

## 2.2. Modificação do amido

### 2.2.1. Acetilação

A modificação do amido por acetilação foi realizado de acordo com o método descrito por Sathe e Salunkhe (1981), onde 100 g de amido foi disperso 500 mL de água destilada, sob agitação em agitador magnético por 30 min e o seu pH ajustado para 8,0 com NaOH a 1,0 mol.L<sup>-1</sup>. Foram adicionados 10,2 g de anidrido acético seguindo-se de agitação, em agitador magnético, por 1 h, mantendo-se o pH em torno de 8,0 - 8,5. A reação prossegue por mais 5 min após adição do anidrido acético. Em seguida, o pH foi ajustado para 4,5 com HCl 0,5 M. Por fim, a dispersão foi filtrada, lavada por 4 vezes com água destilada e seca em estufa de circulação forçada a 35 °C por 12 h.

#### 2.2.1.1. Determinação da porcentagem do grupo acetil e grau de substituição (GS) do amido acetilado

O conteúdo de grupos acetil (expresso como porcentagem em base seca) e o grau de substituição foram estabelecidos de acordo com Lawal e Adebawale (2005). Uma massa de 5g de amido acetilado foi colocada em um erlenmeyer de 250 mL com 50 mL de água destilada e titulado com hidróxido de sódio a 0,1 mol.L<sup>-1</sup>, usando fenolftaleína como indicador. Logo depois, 25 mL de hidróxido de sódio 0,45 mol.L<sup>-1</sup> foram adicionados à suspensão. O erlenmeyer foi agitado por 30 minutos e após esta agitação a solução foi titulada com solução padrão de HCl a 0,2 mol.L<sup>-1</sup>. O amido nativo foi titulado nas mesmas condições para obter o valor do branco.

A porcentagem de acetilação foi calculada usando a Equação 2.

$$\text{Grupo acetil (\%)} = \frac{(V_a - V_b) \text{ ml} \times M_{\text{ácido}} \times 0,043 \times 100}{MA \text{ (g)}} \quad (2)$$

Onde: V<sub>a</sub> = Volume de titulação da amostra;

$V_b$  = Volume de titulação do branco;  
 Mácido = Molaridade do ácido;  
 MA = Massa da amostra (base seca).

O grau de substituição (GS) foi calculado utilizando a porcentagem de acetilação usando a Equação 2:

$$\text{Grau de substituição (GS)} = \frac{162A}{4300 - 42A} \quad (3)$$

Onde: GS = Grau de substituição;  
 162 = Peso molecular de uma unidade de glicose;  
 A = Grupo acetil.

### 2.3. Caracterização química e físico-química do amido nativo e modificado

#### 2.3.1. Teor de amido total do amido nativo

O teor de amido foi quantificado de acordo com o método de antrona (MORAES e CHAVES, 1988) com modificações.

O princípio do método baseia-se na determinação espectrofotométrica a 620 nm do composto colorido formado pela reação entre a antrona e a glicose proveniente da hidrólise do amido.

##### ✓ Preparo da solução de Antrona

Foi dissolvido 0,2 g de antrona P.A. em 100 mL de solução fria de ácido sulfúrico ( $H_2SO_4$ ) 0,50 mol.L<sup>-1</sup>. Esta solução foi preparada em banho de gelo e mantida sobre refrigeração durante todo o período de realização das análises.

##### ✓ Preparo da Solução de D-glicose

Pesou-se 0,01 g de D-glicose e dissolveu em 100 mL de água destilada.

##### ✓ Preparo da curva analítica

Para o cálculo de teor de amido, primeiro foi necessário a construção de uma curva padrão utilizando D-glicose que relaciona a absorvância com a concentração de açúcar, expresso em teor de glicose. Para o preparo da curva adicionou-se a solução na ordem: solução estoque de D-glicose, água destilada e antrona, mantido em banho de gelo.

Foram pipetadas alíquotas (0, 100, 200, 300, 400, 500, 600 e 700)  $\mu$ L da solução de D-glicose (100  $\mu$ g/mL) e transferidos para tubos de ensaio de 15 mL. Em seguida, adicionou-se água destilada (1000, 900, 800, 700, 600, 500, 400, 300)  $\mu$ L, para obter

volume final de 1 mL. Após, adicionou-se 2000 µL da solução de antrona gelada. Os tubos fechados foram agitados em vortex e levados ao banho maria a 100 °C, durante 3 min. Decorrido o tempo, os tubos foram resfriados em banho de gelo. Posteriormente, foram realizadas leituras em espectrofotômetro digital (UV-VIS, Quimis Aparelhos Científicos, São Paulo - SP, Brasil) a 620 nm de absorvância, iniciando pelo branco preparado com 1 mL de água destilada e 2000 µL de antrona.

✓ Preparo da amostra

As amostras dos amidos foram embrulhadas em papel de filtro e mergulhadas em solução de hexano, permanecendo por 72 h sob refrigeração à 8 °C para desengordurar. Pesou-se 0,5g das amostras desengorduradas diretamente em tubo de ensaio e adicionou-se 10 mL de ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) 0,50 mol.L<sup>-1</sup>. A mistura foi aquecida em banho-maria a 100 °C por 1 h, agitando o tubo no vortex ocasionalmente. Em seguida, transferiu-se o conteúdo do tubo para um balão volumétrico de 500 mL e completou o volume com água destilada e homogeneizou.

Foi realizado alguns testes prévios para se determinar a concentração de solução de amido necessária para realizar a leitura espectrofotométrica. Com auxílio de uma pipeta automática, retirou-se 100 µL, 200 µL e 300 µL da solução contida no balão para tubo de ensaio adicionou-se 900 µL, 800 µL, 700 µL de água destilada, respectivamente, e 2000 µL de solução antrona e agitou em vortex. Os tubos foram levados ao banho-maria a 100 °C por 3 minutos, retirou-se do banho e deixou-se esfriar. Foi realizada a leitura da absorvância das amostras em espectrofotômetro digital a 620 nm. Preparou-se um branco com 1 mL de água destilada e 2000 µL de antrona. Os valores de absorvância foram correlacionados com a equação obtida da curva padrão. A determinação do teor de amido total foi realizada em triplicata. O teor de amido foi obtido por meio da equação 4:

$$\text{Amido (\%)} = \frac{(A \times F \times 100 \times 0,9)}{P} \quad (4)$$

Onde:

A= Absorvância da amostra;

F= Fator de correção da curva;

0,9 = Fator de conversão de glicose para amido;

P = Massa da amostra na alíquota em microgramas (µg).

### 2.3.2. Teor de amilose aparente e amilopectina do amido nativo e modificado

O conteúdo de amilose do amido nativo e modificado foi determinado por espectrometria de acordo com o método colorimétrico do iodo simplificado proposto por Martinez e Cuevas (1989) com modificações, que se baseia na transmissão da luz através de um complexo colorido que a amilose forma ao reagir com iodo, e o teor de amilopectina foi encontrado por diferença entre a concentração de amido e amilose. O método consiste em:

#### ✓ Preparo da solução de Iodo

Inicialmente foi preparada a solução de iodo. Pesou-se 0,2 g de iodo metálico, macerado com algumas gotas de água e 2 g de iodeto de potássio (KI), adicionou-se 50 mL de água deionizada. A solução foi coberta com papel alumínio sendo mantida em repouso durante 3 h, em ambiente protegido da luz. Em seguida, transferiu-se para um balão volumétrico e o volume foi completado até 100 mL com água deionizada, seguindo-se agitação até a uniformização.

#### ✓ Preparo do branco

Em balão de 100 mL adicionou-se 1 mL de álcool etílico 95%, 9 mL de NaOH (1 mol.L<sup>-1</sup>) e 2 mL de solução de Iodo. Completou-se o volume para 100 mL com água destilada. A mistura foi deixada em repouso por 30 min.

#### ✓ Preparo da solução de amilose pura de batata

Pesou-se 0,04 g de amilose de batata pura diretamente em balão de 100 mL. Adicionou-se cuidadosamente e sem agitação 1 mL de álcool etílico 95% e 9 mL de NaOH (1 mol.L<sup>-1</sup>). A mistura foi aquecida em banho-maria a 100 °C por 10 min. Após esse tempo, deixou esfriar por 30 min em temperatura ambiente, completou o volume com água destilada e agitou suavemente.

#### ✓ Preparo da Curva Analítica

Para obtenção da curva padrão pipetou-se alíquotas (100, 200, 300, 400, 500, 600, 700, 800, 900, 1000) µL da solução de amilose (400 µg/mL) em tubos de ensaio e adicionou-se ácido acético à 1 mol.L<sup>-1</sup> (20, 40, 60, 80, 100, 120, 140, 160, 180, 200) µL na mesma ordem, seguido de agitação. Acrescentou então, solução de iodo 1 mol.L<sup>-1</sup> (40, 80, 120, 160, 200, 240, 280, 320, 360, 400) µL e água destilada para completar o volume até 5100 µL. A suspensão foi homogeneizada e deixada em repouso por 30 minutos. As leituras das absorbâncias foram efetuadas em espectrofotômetro digital (UV-VIS, Quimis Aparelhos Científicos, São Paulo - SP, Brasil), no intervalo de luz visível a 610 nm.

#### ✓ Preparo da amostra

Pesou-se 0,01 g desengordurado em tubos de ensaio com tampa. Adicionou-se 1 mL de etanol 95%, vagarosamente com posterior homogeneização. A mistura foi aquecida em banho-maria a 100 °C por 10 min, transcorrido esse tempo, 9 mL de hidróxido de sódio 1 mol.L<sup>-1</sup>, foi adicionado e a amostra foi resfriada por 30 min em temperatura ambiente. Em seguida, foram transferidos para balões de 100 ml e os volumes foram completados com água destilada.

Realizou-se testes prévios com o mesmo procedimento da curva padrão, porém, com as soluções de amido e somente alguns pontos, para se determinar a concentração necessária de realizar a leitura espectrofotométrica. Utilizou-se 200 µL da solução dos amidos de inhambu, 40 µL de ácido acético (1 mol.L<sup>-1</sup>), seguido de agitação. Completou-se com 80 µL de solução de iodo e 4780 µL de água destilada. A suspensão foi homogeneizada e deixada em repouso por 30 minutos. A leitura das absorbâncias do padrão, branco e amostra foram realizadas em espectrofotômetro digital, no comprimento de intervalo de luz visível a 610 nm. Os resultados obtidos foram a média de duas repetições em triplicata. O teor de amilose foi obtido de acordo com a Equação (5).

$$\text{Amilose (\%)} = \frac{A \times 100}{C_1} \quad (5)$$

Onde:

A = Concentração de amilose na solução (µg/ µL), obtida por meio da curva padrão;

C<sub>1</sub> = Concentração de amido solução (µg/ µL).

### 2.3.3. Análise de umidade, cinzas, proteínas, lipídios, pH, acidez e atividade de água dos amidos

Os seguintes métodos foram realizados conforme descrito pela Association of Official Analytical Chemists (AOAC, 2005): teor de umidade (n° 925.09) em estufa a 105 °C até peso constante; conteúdo de cinzas (n° 923.03) em mufla a 550 °C; proteína (n° 920.87) por Kjeldahl, utilizando o fator de conversão de 6,25; lipídios (n° 920,85) em extrator Soxhlet baseado na perda de peso do material submetido à extração com éter etílico, por 8 horas; pH (n° 942,15) pelo processo potenciométrico em pHâmetro; acidez (n° 981,12) total por titulação com NaOH 0,01 Mol/L padronizado. A atividade da água foi medida em um instrumento digital Aqua-Lab, modelo CX-2, fabricado pela Decagon Devices Inc., EUA.

#### 2.3.4. Análise de cor dos amidos e géis

A cor foi avaliada por meio de análise direta em um colorímetro digital, HunterLab ColorQuest XE (Sunset Hills Road, Reston, VA, USA). Instrumento equipado com iluminante D65/8°, com especular. A variação no eixo L\* representa as mudanças na luminosidade com faixa de 0 (preto) a 100 (branco). O parâmetro a\* expressa a variação no eixo verde/vermelho (-a\*/a\*) e o parâmetro b\* a variação no eixo azul/amarelo (-b\*/b\*) conforme especificações da escala de cores internacional (CIE - Comissão Internacional de Iluminação).

### 2.4. Propriedades térmicas do amido nativo e modificado

#### 2.4.1. Análise termogravimétrica (TGA)

As estabilidades térmicas dos amidos de inhambu nativo e modificado foram avaliadas utilizando um analisador termogravimétrico modelo Simultaneous Thermal Analyzer (STA) 6000 (Perkin Elmer, USA), assistido pelo software Pyris Series. Foram utilizadas 10 mg de amostra de cada amido. O termograma de TGA foi obtido na faixa de temperatura de 30 °C a 800 °C, com uma taxa de aquecimento de 10 °C /min. As análises foram conduzidas em atmosfera de nitrogênio, com taxa de fluxo de 50 mL/min.

#### 2.4.2. Calorimetria diferencial de varredura (DSC)

A faixa de temperatura de gelatinização da suspensão de amido nativo e modificado foi determinado usando um Calorímetro Diferencial de Varredura (DSC), modelo DSC-60 (Shimadzu, Japão). Uma amostra de amido (5,0 mg) foi pesada em uma cápsula de alumínio. Em seguida, a cápsula foi hermeticamente fechada e mantidas em temperatura ambiente durante 1 hora. Utilizou-se uma cápsula vazia de alumínio como referência. A análise foi realizada a uma temperatura variando de 30 °C a 225 °C, com uma taxa de aquecimento de 10 °C/min. As transições foram caracterizadas pela temperatura inicial ( $T_o$ ), temperatura máxima ( $T_p$ ), temperatura final ( $T_f$ ) e a mudança na entalpia ( $\Delta H$ ) associada ao processo de gelatinização do amido.

### 2.5. Morfologia dos grânulos de amido nativo e modificado

#### 2.6.1. Microscopia Eletrônica de Varredura (SEM)

A Microscopia Eletrônica de Varredura (SEM) dos amidos foi realizada em um modelo Quanta 400 da FEI Company, com uma tensão de operação máxima de 30 kV e

resolução nominal de 1,2 nm, em um alto vácuo a uma tensão de 20 kV. As imagens foram adquiridas com um detector de elétrons secundário.

### 2.6.2. Difração de raio-X (DRX)

A análise de difração de Raios X (DRX) foi realizada tendo como objetivo estimar as frações cristalinas e amorfas das amostras dos amidos. Os padrões de difração dos amidos foram executados utilizando um difratômetro de raios-X Modelo Bruker D2 Phaser (Bruker AXS, Karlsruhe, Alemanha) com tensão de operação 30 kV e 10 mA. O ensaio foi realizado à temperatura ambiente 25 ° C com um ângulo 2θ entre 10 e 30 °. Utilizou-se potência de 1600 W e o método de escaneamento contínuo. O grau de cristalinidade foi definido como a razão entre a área da região cristalina (Ac) e a área total coberta pela curva, composta pela área da região cristalina e a área da região amorfa (Aa), conforme a Equação (6).

$$\text{Grau de cristalinidade (\%)} = \frac{A_c}{(A_c + A_a)} \times 100 \quad (6)$$

## 2.6. Espectroscopia de Infravermelhos com transformadas de Fourier (FTIR) no amido nativo e modificado

O FTIR foi gerado utilizando o equipamento Infravermelho médio Cary 630 FTIR (Agilent Technologies Inc., Santa Clara, CA, USA), equipado com célula de reflectância total atenuada (ATR) e detector de sulfato de triglicina deuterado (DTGS) e o software Agilent MicroLab PC foi empregado para processar os resultados. As amostras dos amidos foram colocadas sobre o compartimento do acessório onde incidem os raios na faixa do infravermelho (cristal de diamante), sendo obtidos os espectros no modo de transmitância.

As amostras foram avaliadas na região espectral com comprimento de onda de 4000 cm<sup>-1</sup> a 500 cm<sup>-1</sup>. Todos os espectros foram recolhidos com uma resolução de 4 cm<sup>-1</sup> a temperatura ambiente.

## 2.7. Propriedades tecnológicas do amido nativo e modificado e perfil de textura dos géis.

### 2.7.1. Solubilidade e poder de intumescimento em função da temperatura

A metodologia para determinar a solubilidade e o poder de inchamento em função da temperatura do amido foi aplicada de acordo com Leach, McCowen e Schoch (1959)



e Torre-Gutiérrez et al. (2008), com algumas modificações, na qual pesou-se em triplicata 0,1 g do amido, em tubo de centrífuga e adicionou-se 10 mL de água destilada. As suspensões foram homogeneizadas por 5 min agitada em vortex e aquecidas em banho-maria nas temperaturas de 50 °C, 60 °C, 70 °C, 80 °C e 90 °C durante 30 min. Em seguida, as suspensões foram resfriadas e centrifugadas por 15 min a 2120 g.

Para a determinação da solubilidade (%) das amostras os sobrenadantes foram cuidadosamente colocados em cadinhos previamente tarados e o volume foi seco em estufa de secagem a 105 °C, por aproximadamente 8 h, até atingir massa constante.

O poder de intumescimento (g água/g amostra seca) foi determinado através do precipitado (gel) que permaneceu no fundo dos tubos de centrífuga. Os mesmos foram pesados, obtendo-se a massa do precipitado. Os cálculos para as determinações de solubilidade e poder de intumescimentos foram realizados a partir das Equações (7) e (8), respectivamente:

$$\text{Solubilidade} = \frac{\text{Massa do sobrenadante seco}}{\text{Massa do amido}} \times 100 \quad (7)$$

$$\text{Poder de Intumescimento} = \frac{\text{Massa do precipitado}}{\text{Massa do amido}} \quad (8)$$

### 2.7.2. Solubilidade e poder de intumescimento em função do pH

As medidas de solubilidade e poder de intumescimento em função do pH seguiu a metodologia proposta por Lawal e Adebawale (2005) com modificações. Pesou-se em triplicata 0,1 g do amido diretamente em tubo de centrífuga previamente tarado e adicionou-se 10 mL de água destilada, as suspensões foram homogeneizadas por 5 min em vortex. Após esse tempo os valores de pH das suspensões foram ajustados para 3, 5, 7, 9 e 12 com solução de HCl (0,1 mol.L<sup>-1</sup>) e NaOH (0,1 mol.L<sup>-1</sup>). As amostras foram deixadas em repouso por 1h a 30 °C e em seguida centrifugadas a 2120 g por 15 minutos.

Para determinar a solubilidade (%) e o poder de intumescimento (g água/g amostra seca) das amostras foi realizado o mesmo procedimento descrito no item anterior, bem como as Equações (7) e (8) supracitadas.

### 2.7.3. Capacidade de absorção de água e óleo

Para a determinação da capacidade de absorção de água (CAA%) e óleo (CAO%) dos amidos de inhambu foi utilizado o método proposto por Beuchat (1977) com algumas modificações. Utilizou-se 1 g de amostras de amido e 10 mL de água destilada ou de óleo de soja comercial em tubos de centrifuga. As suspensões foram homogeneizadas durante 30 seg em vortex e deixadas em repouso por 30 min. Posteriormente os tubos foram centrifugados por 15 min a 15000 g e em seguida os tubos foram invertidos e deixados em repouso por 10 min à temperatura ambiente. O sedimento foi pesado e a capacidade de absorção da água ou do óleo foi calculada conforme Equação 9 descrita abaixo.

$$\text{CAA ou CAO (\%)} = \frac{\text{Massa do sedimentado (g)}}{\text{Massa de amostra seca (g)}} \times 100 \quad (9)$$

Onde:

CAA = capacidade de absorção de água;

CAO = capacidade de absorção de óleo.

### 2.7.4. Geleificação

O estudo da capacidade de geleificação dos amidos foi analisada de acordo com o método descrito por Lawal e Adebawale (2005), no qual as suspensões de amido foram preparados em diferentes concentrações (2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16, 18, 20, 22, 24, 26) % (m/v) e 5 mL de água foram colocados em tubos de ensaio. A suspensão foi agitada em vortex e submetida ao aquecimento a temperatura de 85 °C por 30 min em banho-maria. Após esse tempo, foram resfriadas a 4 °C por 2 h e caracterizadas como “viscoso”, “pouco gel”, “gel”, “gel firme”, “gel muito firme” por avaliação visual, para assim, identificar a concentração mínima de geleificação (formação de gel).

### 2.7.5. Perfil de Textura Instrumental (TPA)

Para o parâmetro instrumental de textura, dureza, foram utilizadas amostras de géis após a geleificação. Os géis foram cortados em espessura de 1 cm no momento de cada medição. Foi utilizado um equipamento modelo TA.HD plus, marca Stable Micro Systems (Surrey, UK) com uma probe cilíndrica de compressão de alumínio de 100 mm de diâmetro (P/100) acoplada. Os parâmetros de ensaio utilizados foram: velocidade de pré-teste, teste e pós teste de 1 mm/s, percentual de compressão de 50% e célula de carga

de 50kg. Por meio do *software Texture Expert for Windows 1.20*. A fim de confirmar a propriedade de geleificação a dureza dos géis foi realizada.

#### 2.7.6. Sinérese

A sinérese foi verificada como a porcentagem (Equação 10) de massa de água liberada sobre a massa inicial do amido, nas concentrações em que a amostra não escorregou pelo tubo previamente na análise de geleificação e armazenados a 4 °C por 1, 2, 3, 5, 15 dias. Após cada período as amostras foram centrifugadas a 1500 g por 15 min, com a centrífuga modelo SP-701 (Splabor, São Paulo –SP, Brasil ) (SINGH; SANDHU; KAUR, 2004).

$$\text{Sinérese (\%)} = \frac{\text{Massa água liberada}}{\text{Massa inicial do amido}} \times 100 \quad (10)$$

#### 2.7.7. Transparência da pasta

A transparência da pasta foi determinada conforme descrito por Perera e Hoover, (1999) e Singh et al., (2004). As suspensões aquosas a 1% de amido foram colocadas em banho-maria (100 °C) por 1 h, sob agitação, em seguida, resfriadas durante 1 h a 25 °C e levadas para BOD a 4 °C. As leituras das amostras foram analisadas em espectrofotômetro da marca Quimis ISO-9001 (UV-VIS, Quimis Aparelhos Científicos, São Paulo - SP, Brasil) no intervalo de luz visível a 650 nm, no período de 31 dias (1, 4, 7, 10, 13, 16, 19, 22, 25, 28, 31).

#### 2.7.8. Análise estatística

Os resultados das propriedades físico-químicas foram verificados por análise de variância (ANOVA) e submetidos ao teste de comparação de médias pelo teste F, em nível de significância de 5%.

Foram realizadas análise de regressão a fim de avaliar o efeito do índice de solubilidade e poder de intumescimento em função das temperaturas e valores de pH, da dureza em relação as concentrações de géis e transparência da pasta em função do tempo (dias). Os modelos linear, quadrático e cúbico foram testados, utilizando como critério de escolha os ajustes que apresentaram elevado coeficiente de determinação ( $R^2 > 0,90$ ), desvio padrão não significativo ( $P > 0,05$ ) e coeficientes significativos ( $P < 0,05$ ). A análise estatística foi realizada utilizando software estatístico Sisvar, versão 5.6.

### III - RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 1. Rendimento de extração

A extração do amido de inhambu (*Dioscorea trifida* L.) resultou em um rendimento de 22,76% (base seca) e aspecto característico, sendo: branco, insípido e inodoro. O resultado pode ser explicado principalmente, pela metodologia de obtenção do amido, variedade botânica, bem como a sua origem. A utilização de duas peneiras com aberturas diferentes (100 mesh e 200 mesh), assim como as lavagens da massa com água gelada influenciou de forma positiva para extração do amido, já que, apresentam partículas de tamanhos diferentes e é insolúvel em água fria.

Rendimentos inferiores foram verificados na literatura utilizando diferentes métodos de extração com amido de inhame. Liporacci et al., (2005) encontrou 7,12 % e 13%; Durango, Soares e Andrade (2009), 9,3%. O valor encontrado para o rendimento amido de inhambu comprova a viabilidade do método de extração, sendo considerado como rendimento adequado quando comparado com outros autores.

#### 2. Porcentagem do grupo acetil e grau de substituição (GS) do amido de inhambu modificado

A modificação química do amido de inhambu foi realizada com o tratamento do anidrido acético e seu efeito contribuiu para 1,98% de grupo acetila e um baixo grau de substituição (0,076). Resultados distintos ao amido de inhambu foram encontrados por Awolu e Olofinlae (2016) em amido de inhame (*Dioscorea alata*) com 0,06% e 1,51 GS. Também em outras fontes de amido como, mandioca (2,53% e 0,10 GS) e batata (2,69% e 0,10 GS) (MBOUGUENG et al., 2012). Já Arijaje et al. (2014) constataram valores para o grau de substituição do amido de batata abaixo (0,041) e próximo (0,078) quando comparado com o amido em estudo.

Essas variações no conteúdo de acetila relatadas podem ser devidas as diferenças nas condições de reações e nas fontes de amido utilizadas. Já a variação no grau de substituição está associada às diferenças no empacotamento intragranular, a maneira em que a cadeia de amilose é envolvida em regiões amorfas, bem como o arranjo de cadeias de amilose e amilopectina poderia afetar a reação de introdução química nas unidades de glicose das macromoléculas de amido (COLUSSI et al., 2014). Sob condições semelhantes de acetilação, pode ser atribuída a diferenças de tamanhos e fragilidade dos grânulos (MBOUGUENG et al., 2012).

O valor do conteúdo de acetila do amido de inhambu foi menor que 2,5%, podendo ser destinado ao uso industrial seguro (RINCON et al., 2007). O grau de substituição dos grupos acetil tem sido relatado como um dos principais determinantes em conferir propriedades desejáveis ao amido (ASHOGBON; AKINTAYO, 2014). Amidos com baixo GS (0,01 – 0,2) podem ser aplicados em áreas de alimentos, tais como, formação de filme, espessamento, estabilização, ligação, adesividade e texturização (MATTI et al., 2004). Além de serem caracterizados por maior capacidade de absorção de água, solubilidade em água, maior poder de inchamento do que amidos nativos e redução a tendência de sinérese (GOLACHOWSKI et al., 2015).

### **3. Composição química e físico-química dos amidos**

Os parâmetros avaliados do amido de inhambu nativo e modificado encontram-se na Tabela 1.

O teor de amido total do inhambu (*Dioscorea trifida*) foi de 84,58% ± 0,08, sendo considerado alto e adequado conforme a RDC nº 263 (BRASIL, 2005), pois é superior a 80%. Observa-se na Tabela 1 que a modificação com baixo grau de substituição do amido de inhambu não contribuiu para mudanças no teor de amilose aparente e amilopectina, demonstrando alta proporção desses componentes nos dois amidos.

Na literatura encontram-se valores próximos ao estudo, referente ao teor de amilose aparente em amidos de inhame, variando de 21,02-38,92% (FALADE; AYETIGBO, 2017); 27,47-41,90% (OKE; AWONORIN; WORKNEH, 2013); 21,69-31,56% (WIREKO-MANU et al., 2011). Resultados menores foram especificados por Mali et al., (2010) nas principais fontes comerciais de amido: milho (25%), batata (23%), arroz (15%), trigo (20%), mandioca (16%) e grãos de aveia (16%). A semelhança e/ou diferenças entre os resultados do amido de inhambu com a literatura podem estar associadas às cultivares, pois os grânulos de amido diferem em relação às fontes vegetais, de acordo com o grau de desenvolvimento das moléculas; como também, com a modificação química por apresentar distintos graus de acetilação, diversos procedimentos e do uso de métodos analíticos (GOLACHOWSKI et al., 2015).

Estes componentes desempenham papel importante na estrutura interna do amido, influenciando diretamente nas propriedades tecnológicas do mesmo, conseqüentemente na sua aplicação (JIAN et al., 2012; SYAHARIZA et al., 2013). O alto conteúdo de amilose no amido de inhambu proporciona algumas características únicas, devido sua configuração e natureza linear, como na capacidade de formar filmes plásticos

biodegradáveis e filmes comestíveis resistentes (PÉREZ et al., 2013); podem ser utilizados em alimentos que necessitem de crocância e resistência, como na fabricação de salgados, utilizados em produtos como *nuggets*, fritos ou assados (CEREDA, 2002; LEONEL, 2007; CHUNG et. al., 2011). Além disso, devido à formação de gel consistente, podem ser utilizados para sopas desidratadas e em balas de gomas. São considerados mais saudáveis para o consumo humano por causa de sua resistência à digestão (OLI et al., 2016).

**Tabela 1.** Composição química e físico-química do amido de inhambu nativo e modificado (*Dioscorea trifida* L.).

<b>Parâmetros Avaliados</b>	<b>Amido nativo</b>	<b>Amido modificado</b>
Amilose (%)	36,72 <sup>a</sup> ±0,36	37,36 <sup>a</sup> ±0,70
Amilopectina (%)	47,86 <sup>a</sup> ±0,36	47,22 <sup>a</sup> ±0,70
Umidade (%)	14,40 <sup>a</sup> ±0,02	14,36 <sup>a</sup> ±0,05
Cinzas* (%)	0,52 <sup>a</sup> ±0,18	0,57 <sup>a</sup> ±0,19
Proteínas* (%)	0,43 <sup>a</sup> ±0,00	0,43 <sup>a</sup> ±0,01
Lipídios* (%)	0,17 <sup>a</sup> ±0,09	0,06 <sup>a</sup> ±0,00
pH	5,92 <sup>a</sup> ±0,03	4,97 <sup>b</sup> ±0,04
Acidez (%)	0,07 <sup>b</sup> ±0,00	0,12 <sup>a</sup> ±0,02
Atividade de água	0,61 <sup>a</sup> ±0,00	0,58 <sup>a</sup> ±0,00

\*Resultados expressos em base seca. Letras minúscula diferentes na mesma linha indicam que diferiram entre os tratamentos por meio do teste F a 5% de probabilidade.

A partir dos resultados para o teor de umidade entre os amidos demonstrados na Tabela 1, verificou-se que não houve diferença significativa. Embora a Legislação Brasileira não possua um parâmetro de qualidade e identidade para amido de fonte não convencional é possível verificar o baixo teor de umidade presente nos amidos, pois encontra-se dentro do padrão exigido pela Resolução RDC nº 263, de 22 de setembro de 2005 (BRASIL, 2005), que é de no máximo de 18% e 21% (g/100g) para amido/fécula de mandioca e batata (convencional). O teor de umidade influencia diretamente na qualidade do amido, uma vez que, valores menores que 15% garantem a sua estabilidade microbiológica (CORREIA; NUNES; COSTA, 2013)

Além das moléculas de amilose e amilopectina os grânulos de amido dispõem de constituintes não amiláceos, como cinzas, proteínas e lipídios. Neste estudo, os amidos nativo e modificado apresentaram baixos teores destes elementos, com valores inferiores ao trabalho de Reddy e colaboradores (2014) em amido de inhame que constataram

conteúdo de cinzas de 2,3%, proteínas 0,9% e lipídios 0,2%. O AN e AM demonstraram alto grau de pureza, pois os resultados para propriedades químicas foram baixos, indicando maior qualidade e eficiência de extração (ROCHA et al., 2008).

Houve diferença do pH e acidez entre os amidos, essa alteração pode ter sido provocada pelos ajustes de pH durante a modificação, promovendo o amido um caráter mais ácido. O resultado da atividade de água dos amidos foi baixo e não apresentaram diferença significativa, assim, podem contribuir para uma melhor estabilidade e conservação do produto a longo prazo.

Os amidos de inhambu nativo e modificado apresentaram diferença significativa para os critérios de cor L, a, b (Tabela 2). Valores altos foram encontrados ao parâmetro de cor L\* (preto/branco), indicando que os amidos tenderam ao branco, com maior predominância no amido nativo. Com a modificação do amido o critério a\* (-verde/+vermelho) tendeu a cor verde e para o atributo b\* (-azul /+amarelo) demonstrou ser menos amarelo. Dessa forma, a claridade do amido pode estar associada às lavagens durante a extração com água em baixa temperatura, evitando o seu escurecimento, e as diferenças após a modificação, provavelmente, foi devido algum composto que tem coloração nos reagentes utilizados. A cor dos ingredientes alimentares é essencial para a indústria alimentar como um atributo da qualidade dos alimentos, como maturidade, variedade, como também para aceitação do consumidor (WU; SUN, 2013).

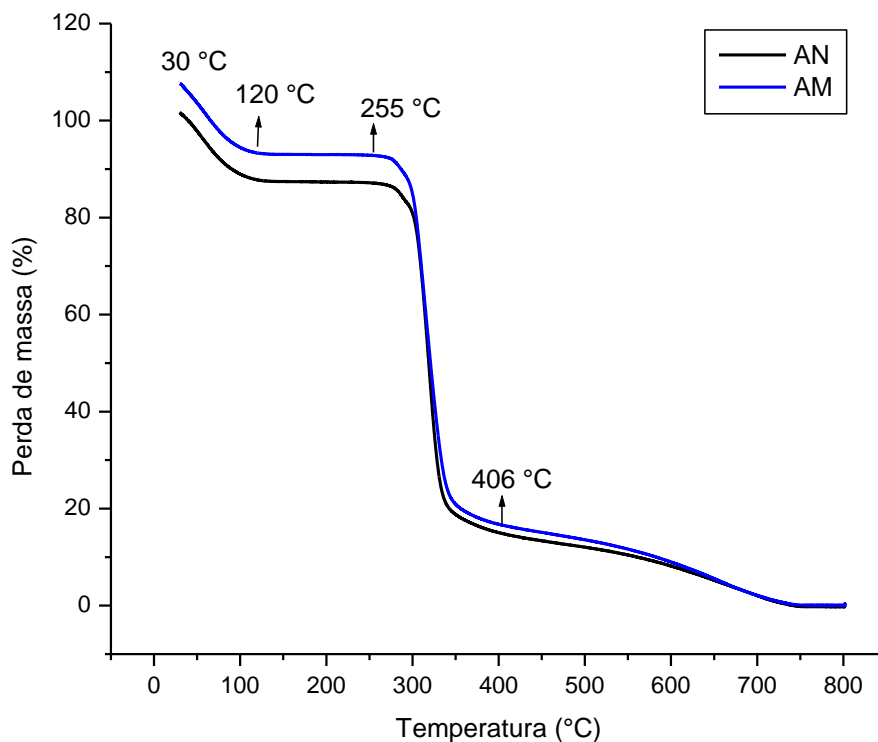
**Tabela 2.** Cor do amido de inhambu (*Dioscorea trifida* L.) nativo e modificado.

Amostra	Parâmetros		
	L*	a*	b*
<b>Amido nativo</b>	97,03 <sup>a</sup> ± 0,00	0,28 <sup>a</sup> ± 0,00	2,73 <sup>a</sup> ± 0,010
<b>Amido modificado</b>	95,00 <sup>b</sup> ± 1,02	-0,15 <sup>b</sup> ± 0,82	2,65 <sup>b</sup> ± 0,43

Letras minúscula diferentes na mesma coluna indicam que diferiram entre os tratamentos através do teste F a 5% de probabilidade.

#### 4. Estabilidade térmica (TGA) dos amidos

O termograma TGA ilustrados na Figura 6 evidencia o fenômeno térmico do amido de inhambu nativo e modificado.



**Figura 6.** Curva TGA do amido de inhambu nativo (AN) e modificado (AM) por acetilação.

Os amidos nativo e modificado tiveram comportamento semelhante para curva de TGA. Sendo a primeira ocorrência da perda de massa em função da temperatura representada por um pico pequeno, com 14% de massa perdida para os dois amidos, desde a temperatura inicial (30 °C) da análise até 120 °C, procedido por um período de estabilidade até 255 °C. Um segundo processo de perda de massa é observado por um pico maior, referente a 73% para o AN e valor mais elevado ao amido após a modificação (76%), com a mesma faixa de temperatura (255 °C a 406 °C). Por fim, o terceiro fenômeno de perda de massa demonstrou 2% a mais para o AM (16%) em relação ao AN (14%), até a temperatura de 800 °C.

Esses resultados indicam que a estabilidade térmica do AM foi um pouco menor que o AN, o que pode ser explicado pela instabilidade dos grupos carboxílicos e quebra de ligações de hidrogênio durante a acetilação (SINGH; NATH, 2012). De acordo com Zhang et al., (2011) e Melo Neto et al., (2016) o pico menor corresponde aos componentes voláteis, principalmente de água presente nos grânulos de amido e o pico maior provavelmente representa a degradação do anel de glicose nos polímeros do amido, amilose e/ou amilopectina, classificado como o principal estágio de



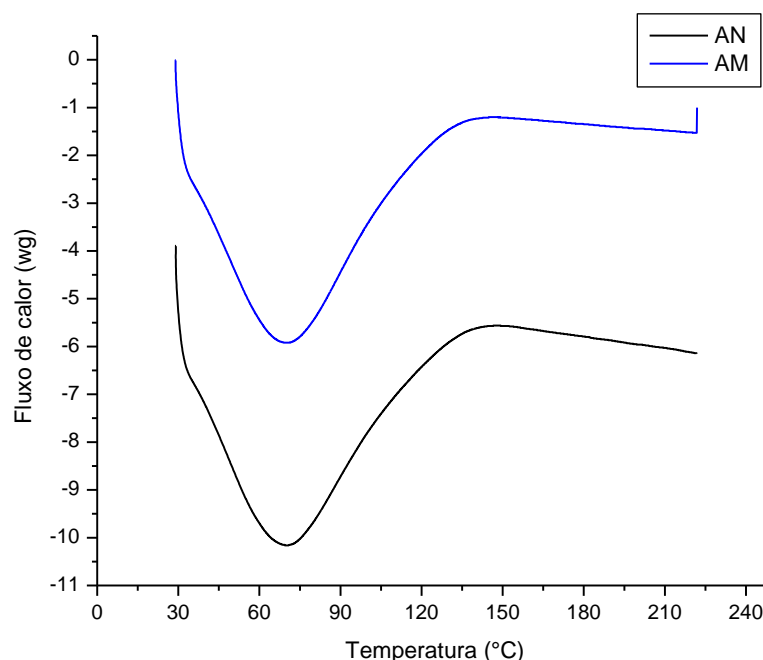
decomposição do material e com perda de massa intensa. E o terceiro estágio representa à oxidação da matéria orgânica (GRANZA et al., 2015).

Conforme Melo Neto et al. (2015) o estudo da decomposição térmica dos amidos é importante para avaliar o potencial dos polímeros para que possam ser usados com êxito em várias aplicações industriais. Analisando os resultados da TGA, pode-se constatar que os amidos em estudo obtiveram características distintas do amido *Dioscorea opposita* Thunb, onde o pico da decomposição máxima foi na temperatura de 273 °C (ZHANG et al., 2011), assim como relatados por Hornung et al. (2017), para as variedades *D. sp.* (112 °C) e *D. piperifolia* (109 °C). Porém, todos apresentaram o mesmo perfil gravimétrico. Deste modo, o AN e AM possui estabilidade térmica alta comparado com amido de inhame na literatura e pode ser processado até uma temperatura de até 255,66 °C.

## 5. Calorimetria diferencial de varredura (DSC) dos amidos

A curva de Calorimetria de Varredura Diferencial (DSC) do amido de inhambu nativo e modificado está apresentada na Figura 7.

A faixa de temperatura de gelatinização foi similar no AN e AM. Observa-se que a temperatura inicial ( $T_0$ ), temperatura máxima do pico ( $T_p$ ) e a temperatura final ( $T_e$ ) endotérmica de gelatinização dos amidos de inhambu (nativo e modificado) foram, 30 °C; 70 °C e 137 °C, respectivamente. O intervalo de gelatinização é representado pela faixa de temperatura  $T_e - T_0$ , que foi de 107 °C. Enquanto que, a entalpia encontrada para AN ( $\Delta H_{gel} = 323,82 \text{ J/g}$ ) foi maior que o AM ( $\Delta H_{gel} = 319,00 \text{ J/g}$ ).



**Figura 7.** Termograma DSC de amido do inhambu nativo (AN) e modificado (AM) por acetilação.

Os parâmetros de gelatinização (Figura 7) são influenciados pela estrutura molecular da região cristalina dos amidos, sendo a entalpia o reflexo da perda de ordem molecular dentro da estrutura interna dos grânulos de amido, correspondendo à quantidade de energia necessária para romper as interações moleculares dentro dos grânulos durante a gelatinização. Para o amido de inhambu foi evidenciado que o AN requer um pouco mais de energia para quebrar estas ligações. A diminuição no valor da entalpia no AM é devido a desorganização parcial gerada pela reação de acetilação, com introdução do grupo acetil, que por sua vez resultou na ruptura de algumas duplas hélices presentes nas regiões semicristalinas do grânulo durante a modificação (BUSHRA; XU; PAN, 2013; COLUSSI et al., 2014).

A gelatinização do amido é controlada, em parte, pela estrutura molecular da amilopectina (comprimento da cadeia, grau de ramificação, massa molar) bem como estrutura granular (relações amorfas e zonas cristalinas) (BELLO-PÉREZ et al., 2010). O elevado valor da entalpia nos dois amidos pode ser explicado pela proporção amilose e amilopectina e maior concentração da cadeia linear, onde limitou acessibilidade da água em temperaturas mais baixas à altas nos amidos de inhambu.

Resultados abaixo da faixa de temperatura e da entalpia de gelatinização do amido de inhambu (*Dioscorea trifida* L.) foram encontrados em estudo de diferentes variedades

de amido Dioscorea: *D. opposite* Thunb, *D. alata* Linn, *D. nipponica* Makino, *D. bulbifera* Linn, *D. septemloba* Thunb (JIANG et al., 2012). Madruga et al. (2014) verificaram entalpia de gelatinização elevado ( $\Delta H_{gel} = 462,84$  J/g) em amido da semente da jaca, assim como nos amidos de inhambu. O perfil medido pela DSC do AN e AM mostrou um intervalo de temperatura prolongada em relação à literatura, indicando que o processo requer mais energia para romper a ligação e gelatinizar, desta maneira, os grânulos de amido demonstraram serem menos predispostos à quebra com aquecimento prolongado, constituídos de ligações mais resistentes.

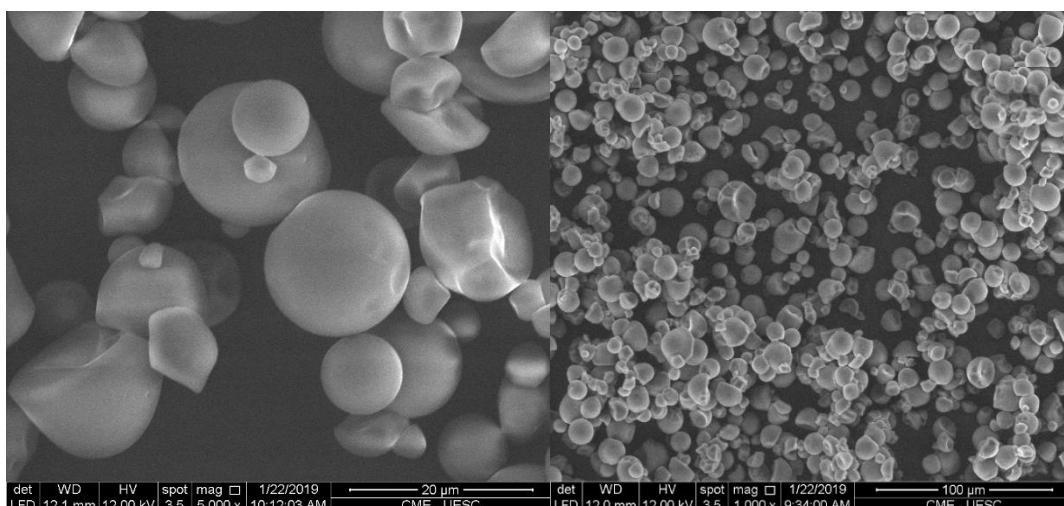
O processo de gelatinização é uma propriedade essencial para aplicações de amidos no setor industrial (RIBEIRO et al., 2014). Conforme Damodaran et al. (2010) e Ribeiro et al. (2014) o pico obtido representa a reação de gelatinização endotérmica, isto é, a fase de transição dos grânulos de amido de uma configuração de moléculas ordenada a desordenada que ocorre quando é aquecida na presença de excesso de água, em um intervalo de temperatura característico da fonte de amido.

## 5. Morfologia dos grânulos de amido

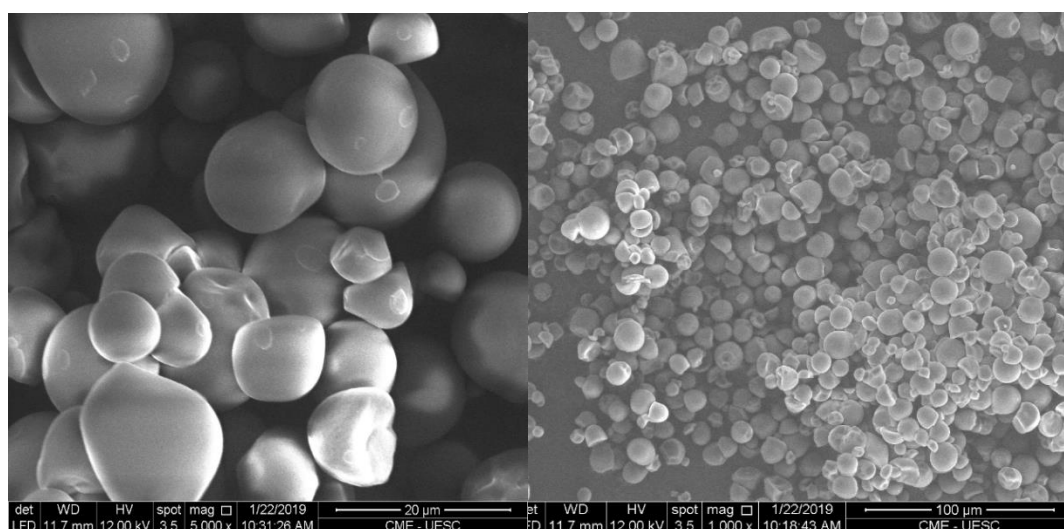
Nas Figuras 8 e 9 (Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura - MEV) estão exibidos a morfologia dos grânulos do amido de inhambu nativo e modificado, respectivamente. Podem-se visualizar tamanhos e formatos semelhantes, porém apresentando diferenças na sua organização. As imagens evidenciam grânulos predominantemente esféricos, superfícies lisas, partículas regulares e poucas rachaduras, a diferença entre os amidos está na maior associação dos grânulos e espaços maiores entre os aglomerados após a modificação química (Figura 9) por acetilação, demonstrando uma nova organização estrutural. Assim, o amido de inhambu modificado pode proporcionar maior facilidade de entrada de água nos grânulos de amido, favorecendo na maior capacidade de absorção de água, solubilidade, intumescimento e geleificação.

Estes fatores dependem de sua bioquímica, bem como a fisiologia da planta e origem botânica e conteúdo de amilose (DEEPIKA; KUMAR; ANIMA, 2013; LAN et al., 2015; MESQUITA et al., 2016). O amido de inhambu demonstrou características semelhantes (formatos esféricos e iguais) com o estudo de Otegbayo et al., (2014) em grânulos de amido das diferentes espécies de inhame, como: *D. rotundata*, *D. alata* e *D. cayenensis*, e diferenciadas das espécies: *D. dumetorum* e *D. bulbifera*, onde reportaram forma hexagonal ou poliédrica e triangulares, respectivamente. Colussi et al. (2014),

Granza et al. (2015), Mendoza; RuyDíaz; Quintero (2016) estudaram diferentes espécies de amidos acetilados e encontraram similaridade no formato em relação ao amido nativo.



**Figura 8.** Morfologia dos grânulos do amido de inhambu nativo (AN).



**Figura 9.** Morfologia dos grânulos do amido de inhambu modificado (AM) por acetilação.

De acordo com Lindeboom et al. (2004) em relação ao tamanho dos grânulos de amido podem ser classificados como: grânulos grandes ( $> 25 \mu\text{m}$ ), médios ( $10\text{-}25 \mu\text{m}$ ), pequenos ( $5\text{-}10 \mu\text{m}$ ) e muito pequenos ( $<5 \mu\text{m}$ ). Neste estudo, verificou-se que o amido de inhambu nativo (Figura 8) apresentou diâmetro na faixa de  $5,06 \mu\text{m}$  a  $15,44 \mu\text{m}$  e diâmetro médio predominante de  $12,95 \mu\text{m}$ , e se enquadrava na categoria de grânulos de amido pequenos e médios. O amido modificado (Figura 9) apresentou a mesma classificação do amido nativo, com diâmetro na faixa de  $8,08 \mu\text{m}$  a  $19,23 \mu\text{m}$ , e diâmetro médio  $13,44 \mu\text{m}$ .

As formas dos grânulos dos amidos não influenciam em suas propriedades tecnológicas, porém, podem ser utilizadas para identificar a fonte botânica do amido. O tamanho é uma propriedade importante no processo de extração e sedimentação do amido, para as características dos alimentos e aplicações industriais, assim como propriedades de pasta, poder de inchamento e temperatura de gelatinização (SANGUANPONG et al., 2003; OTEGBAYO et al., 2014).

Para os produtos alimentares, o diâmetro dos grânulos é um parâmetro importante em relação às interações partículas-partículas, mistura e homogeneidade para formulações (FALADE; CHRISTOPHER, 2015). Devido o amido de inhambu evidenciar grânulos pequenos e médios, provavelmente terá uma melhor digestibilidade após o cozimento, já que, a área superficial é maior em relação ao volume (SALGADO et al., 2005, NODA et al., 2008) e pode ser importante para aplicações, como por exemplo na função de encapsulamento (ALDANA et al., 2011). Além disso, tem mais facilidade para solubilizar e obter maior capacidade de absorção de água (NAIDOO et al., 2015), como também, podem aumentar as faixas de temperaturas de gelatinização  $T_p$  e  $T_e$ , (HORNUNG et al., 2017) sendo demonstrado no amido de inhambu. Outro parâmetro demonstrado nos grânulos dos amidos de inhambu foi à baixa variabilidade do diâmetro, característica desejável para aplicação em papel e filmes (LEONEL, 2007).

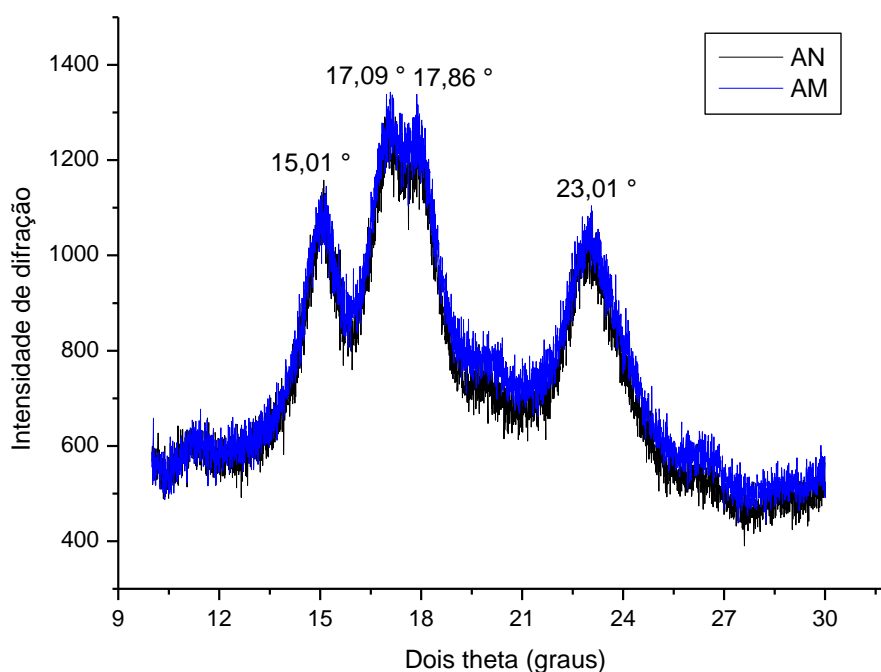
## **6. Difração de raios-X (DRX)**

Os padrões de raios-X do amido de inhambu nativo e modificado apresentaram semelhança (Figura 10). O difratograma de raios-X dos amidos mostrou picos bem definidos em  $15,01^\circ$ ,  $17,09^\circ$ ,  $17,86^\circ$  e  $23,01^\circ$ , o que possibilitou classificar esses amidos como padrão de difração tipo C, uma forma cristalina intermediária constituída pela mistura de amidos tipo A e B (QIN et al., 2017; HORNUNG et al., 2017b) ou uma estrutura distinta (ZOBEL, 1988).

Quando os raios-X interagem com um material cristalino, eles geram um padrão de difração único e representa a sua identidade. Quanto maior o número de cristais em um plano de uma estrutura, mais intensos, pontiagudos e estreitos serão os picos na difração de raio-X. Os grânulos de amidos apresentam padrões de DRX específicos, que podem variar conforme a fonte vegetal estudada. O tipo A ( $15, 17, 18, 20$  e  $22^\circ$ ) resulta na formação da estrutura em duplas hélices feitas por amilose e amilopectina altamente condensada e cristalina, frequentemente encontradas em cereais; o tipo B ( $5, 6, 14, 17, 18, 19$  e  $23^\circ$ ) consiste em estrutura claramente definida, sendo altamente hidratada com

duas duplas hélices dispostas em um arranjo hexagonal, típico de amidos de tubérculos e raízes (HORNUNG et al., 2017b; DENARDIN, SILVA, 2009).

No entanto, o amido Inhambu foi considerado uma exceção, porque ele não apresentou padrão de difração de tipo B, com semelhança aos resultados de outros amidos de tubérculos diferentes como da batata e da mesma espécie *Dioscorea* (HORNUNG et al., 2017a; HORNUNG et al., 2017b; JIANG et al., 2013; SHARLINA et al., 2017). Geralmente, os amidos com cristalinidade dos tipos B e C tendem a ser mais resistentes à digestão enzimática (AMIDOS, 2015).



**Figura 10.** Padrão de difração de raios-X (DRX) do amido de inhambu nativo (AN) e modificado (AM) por acetilação.

O grau de cristalinidade relativa do amido nativo foi de 29,55% e do amido modificado 29,38%. Como as moléculas de amilopectina são responsáveis pela formação de regiões cristalinas e as moléculas de amilose pelas regiões amorfas na estrutura do amido, provavelmente a acetilação do amido de inhambu ocorreu mais na região amorfa, pois o grau de cristalinidade dos amidos quase não mudou (BUSHRA; YUN; PAN, 2013). De acordo com Halal et al. (2015) quando alguns grupos hidroxilas no amido acetilado são substituídos por grupos acetila, reduz a formação de ligações de hidrogênio inter e intra-moleculares e resulta na destruição parcial da estrutura cristalina ordenada do amido.

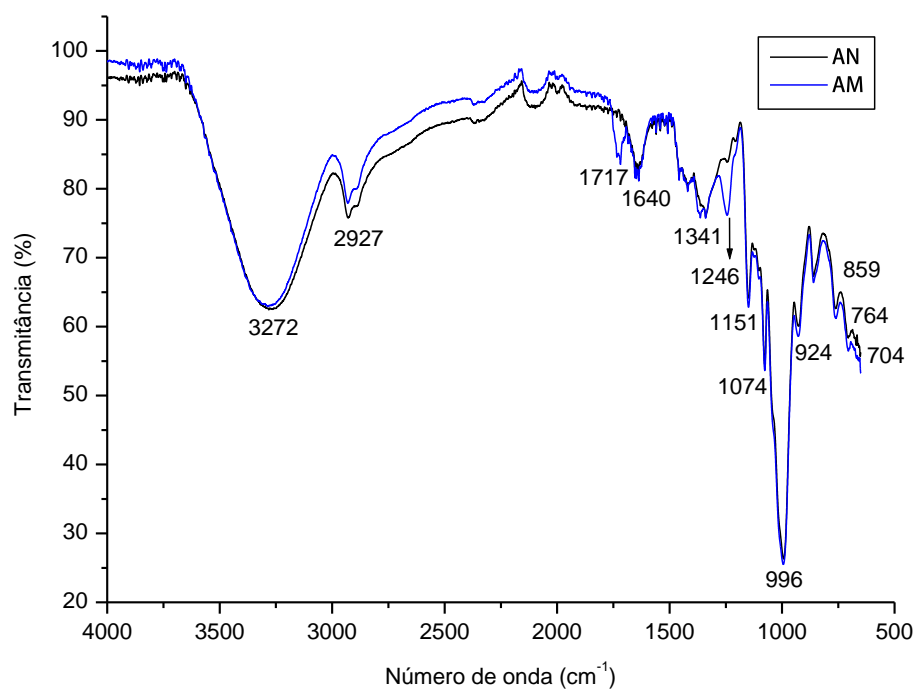
## 7. Espectroscopia de Infravermelho com transformada de Fourier FTIR

Os espectros de FTIR dos amidos de inhambu são exibidos na Figura 11. Pode-se perceber que houve diferença na transmitância das bandas, porém, várias bandas em comprimento de onda igual. Estas diferenças estão relacionadas com a modificação química do amido de inhambu. A análise espectroscópica do FTIR foi aplicada para avaliar a estrutura do amido nativo e as mudanças ocasionadas pela acetilação, observando a frequência e a intensidade dos picos. Como o amido compreende principalmente amilose, amilopectina e água, as bandas espectrais são atribuídas aos grupos funcionais presentes nestas moléculas (ASCHERI et al., 2010).

Observam-se picos na região do comprimento de onda do amido de inhambu a  $3272\text{ cm}^{-1}$  com base ampla e pico arredondado atribuído as características do estiramento simétrico e assimétrico dos grupos funcionais de hidroxilas (O-H), indicando uma contribuição importante das moléculas de água (ANDRADE; SCHNITZLER, 2014). As bandas em comprimentos de onda de  $2927\text{ cm}^{-1}$  correspondem ao estiramento assimétrico de C-H, e as duas anteriormente citadas são verificadas abundantemente em polissacarídeos; a banda em  $1640\text{ cm}^{-1}$  com vibrações de moléculas de água ( $\text{H}_2\text{O}$ ) (SUKHIJA et al., 2016; HONG et al., 2016; REMYA et al., 2018; MELO NETO et al., 2016). Estes resultados espectrais estão em conformidade com Sukhija et al. (2016) e Dankar et al. (2018) em amidos de inhame e batata, respectivamente.

Conforme Warren et al. (2016) as bandas de adsorção oriunda do amido podem ser observadas na região de  $1200\text{--}1000\text{ cm}^{-1}$ , decorrentes de CO, CC e COH de alongamento e COH curvado, como pode-se verificar no amido de inhambu em  $1151\text{ cm}^{-1}$  referente ao alongamento da ligação CO glicosídica e  $1074\text{ cm}^{-1}$  atribuídos principalmente ao trecho C-O-H em amido (MELO NETO et al., 2016; SUKHIJA et al., 2016).

Após o processo de acetilação os espectros do FTIR do amido modificado apresentaram um novo pico em  $1246\text{ cm}^{-1}$  como um sinal típico do alongamento de ligações C-O por grupos acetila (HARVEY et al., 2012) e um novo pico de carbonila a  $1717\text{ cm}^{-1}$  se originou, fornecendo evidências de acetilação (KEMAS et al., 2017).



**Figura 11.** Espectro de transmissão na região do infravermelho para o amido de inhambu nativo (AN) e modificado (AM).

## 8. Propriedades tecnológicas do amido nativo e modificado e análise de textura

### 8.1. Efeito da temperatura no índice de solubilidade (IS) e no poder de intumescimento (PI) dos amidos.

A partir dos dados experimentais para análise de solubilidade e intumescimento, foram ajustados modelos estatísticos com a finalidade de prever o comportamento destas propriedades em função da temperatura do AN e AM. Os modelos linear e quadrático encontrados foram os que melhor descreveram os parâmetros IS e PI, respectivamente, dos amidos e estão descritos nas Equações 11, 12, 13, 14. Mesmo que o desvio de regressão tenha sido significativo para os dois modelos, pode-se atestar que são adequados pela resposta dos coeficientes, por serem significativos ( $P < 0,05$ ) e os  $R^2$  revelarem alto valor.

$$ISAN (\%), = 0,6812T - 29,028 \quad (11)$$

$$R^2 = 0,98$$

$$ISAM (\%) = 1,0143T - 46,434 \quad (12)$$

$$R^2 = 0,97$$



$$PIAN (g_{\text{água}}/g_{\text{amostra seca}}) = -0,0024T^2 + 0,1253T - 10,429 \quad (13)$$

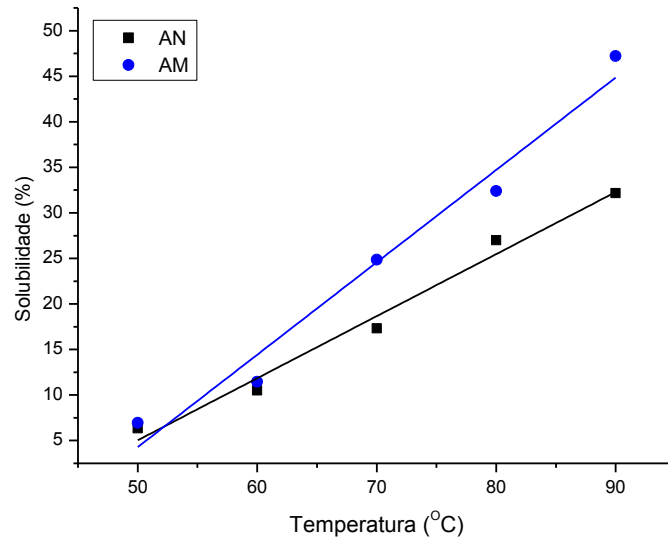
$$R^2 = 0,9836$$

$$PIAM (g_{\text{água}}/g_{\text{amostra seca}}) = -0,0051T^2 + 1,094T - 37,689 \quad (14)$$

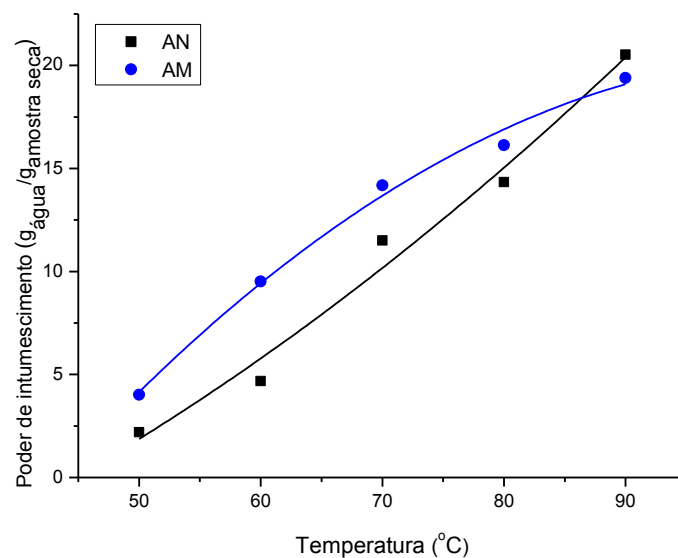
$$R^2 = 0,9933$$

Observa-se na Figura 12 um comportamento similar do amido nativo e modificado, à medida que elevou a temperatura, os critérios IS e PI também aumentaram. Contudo, o amido acetilado mostrou predominância de maior capacidade de solubilizar e intumescer. Verifica-se um aumento mais pronunciado do IS (Figura 12a), a partir de 70 °C, enquanto que, para o PI (Figura 12b), em 60 °C a 80°C, em relação ao amido nativo. Isso porque o amido modificado quimicamente por acetilação enfraquece a força de atração entre as moléculas de amido e aumentam as forças de repulsão, devido introdução de grupos funcionais acetila, interferindo nas ligações de hidrogênio presentes entre as cadeias de amido adjacentes resultando no aumento da solubilidade e poder de intumescimento (ALI e HASNAIN, 2014; ASHOGBON e AKINTAYO, 2014; LUTFI et al., 2017).

Este mesmo comportamento foi relatado por pesquisadores em amidos nativos de tubérculos: batata-doce (LAI et al., 2016) e araruta (NOGUEIRA et al, 2018). Como também em amidos que foram utilizados a mesma modificação química, inhame (AWOLU; OLOFINLAE, 2016) e batata (KHAN; ALI; HASNAIN, 2014). O efeito maior do IS e PI do amido de inhambu modificado pode ser confirmado pela organização estrutural dos grânulos na análise do MEV (Figura 9), observando uma distribuição mais uniforme dos grânulos do que o amido nativo.



(a)



(b)

**Figura 12.** Valores experimentais e dados estatísticos para o índice de solubilidade (a) e poder de intumescimento (b) do amido nativo (AN) e modificado (AM) em função de diferentes temperaturas.

### 8.1. Efeito do pH no índice de solubilidade (IS) e no poder de inchamento (PI) dos amidos.

Com base nos dados experimentais foram realizadas análises de regressão com finalidade de ajustar modelos com capacidade de indicar o desempenho das propriedades, solubilidade e poder de intumescimento, em função do pH. Os modelos ajustados nas Equações 15, 16, 17, 18 descrevem o comportamento dito anteriormente. Representados pelo efeito cúbico no ISAN, ISAM e PIAM e linear para PIAN. O  $R^2$  apresenta valor

acima de 0,9, além disso, os coeficientes são significativos ( $P < 0,05$ ) e o desvio de regressão foi não significativo, atestando que os modelos são adequados para representar o desempenho para as variáveis respostas em questão.

$$ISAN(\%) = 0,0905P^3 - 1,6086P^2 + 8,1735P - 5,4899 \quad (15)$$

$$R^2 = 0,99$$

$$ISAM(\%) = 0,0309P^3 - 0,4307P^2 - 1,6526P + 5,31 \quad (16)$$

$$R^2 = 0,95$$

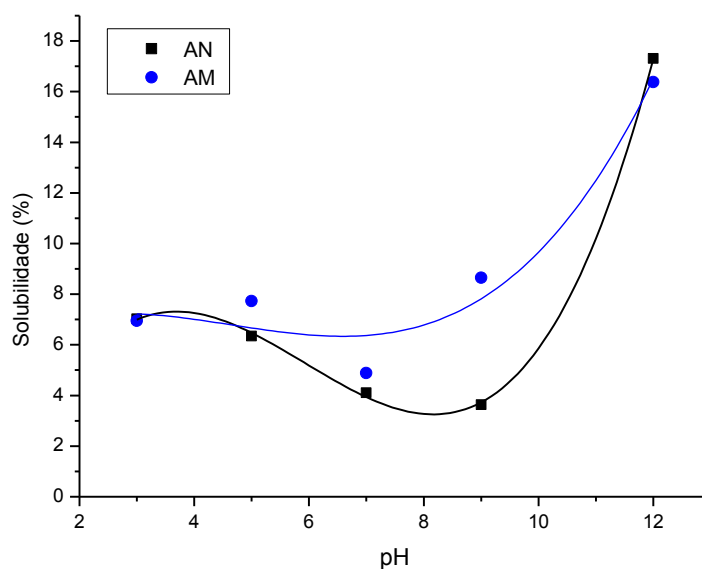
$$PIAN \left( \frac{g_{\text{água}}}{g_{\text{amostra seca}}} \right) = 0,0429P + 1,6686 \quad (17)$$

$$R^2 = 0,92$$

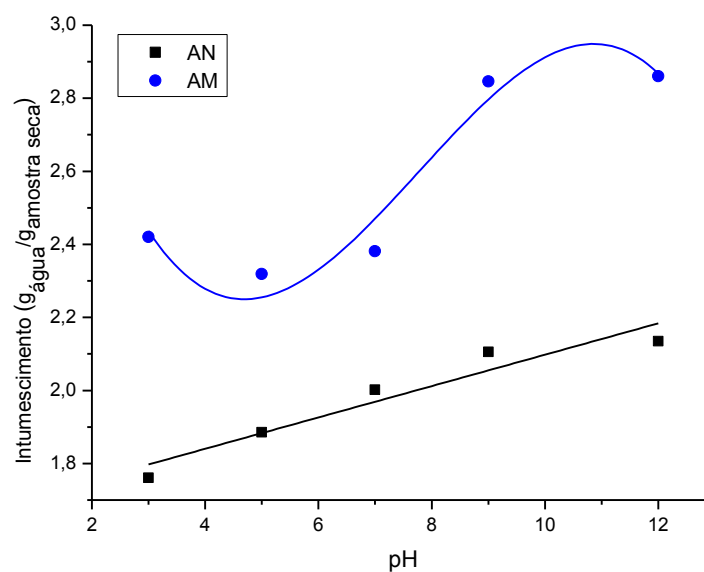
$$PIAM \left( \frac{g_{\text{água}}}{g_{\text{amostra seca}}} \right) = 0,006P^3 + 0,1392P^2 - 0,9124P + 4,0823 \quad (18)$$

$$R^2 = 0,95$$

Avaliando a Figura 13a, pode-se observar um desempenho similar do IS em função do pH das soluções dos amidos. A solubilidade para o AM varia pouco até o pH 9 e depois tem aumento destacado no pH 12, assim como o amido não modificado. Em pH ácido os dois exibiram solubilidade em torno de 6% a 8%. Em contrapartida, percebe-se que o amido de inhambu nativo apresentou comportamento distinto do amido modificado e com menor capacidade de intumescer em relação ao pH (Figura 13b). O crescente PI do amido nativo foi proporcional ao aumento do pH, enquanto que, o modificado apontou um pequeno decréscimo em pH ácido, com elevação em seguida. Mesmo assim, a capacidade máxima de PI do amido modificado (2,8 a 2,86  $\frac{g_{\text{água}}}{g_{\text{amostra seca}}}$ ) prevaleceu ao nativo (2,10 a 2,13  $\frac{g_{\text{água}}}{g_{\text{amostra seca}}}$ ) em pH alcalino 9 e 12. Isto pode ter acontecido devido ao excesso de carga positiva do meio e a interação destas com o grupo acetila inserido no amido de inhambu.



(a)



(b)

**Figura 13.** Valores experimentais e dados estatísticos para o índice de Solubilidade (a) e poder de intumescimento (b) em função do pH do amido de inhambu nativo (AN) e modificado (AM).

Segundo Lawal e Adebawale (2005), em pH alcalino pode haver a parcial gelatinização do amido, promovendo aumento no inchaço e solubilidade dos grânulos, como relatado neste estudo. Conforme Awolu e Olofinlae (2016), o poder de inchamento tem sido relacionado com a ligação dentro dos grânulos de amido, em função do teor de amilose, além disso, amidos modificados quimicamente por acetilação tendem a aumentar o inchaço à medida que o pH aumenta. Os mesmos autores ao estudarem amido de inhame

(*Dioscorea alata*) nativo e modificado por acetilação notaram aumento da solubilidade em pH 2-6, redução em pH 6 e 8 e elevação novamente a partir do pH 10. Tendência semelhante foi observado neste estudo com amido de inhambu nativo e modificado. Estes amidos podem ser destinados a aplicações que exijam inchamento em uma faixa de pH do ácido ao alcalino, possibilitando melhores resposta para o uso do amido modificado.

## 8.2.Capacidade de absorção de água e óleo

A capacidade de absorção de água e óleo do amido Inhambu (*Dioscorea trifida* L.), estão apresentados na Tabela 3. Com base nestes resultados, observa-se que o amido modificado diferiu significativamente ( $p \geq 0,05$ ) do nativo apresentando maior CAA e CAO. Isto porque, as cadeias do amido acetilado expõem maior número de grupos hidroxilas capazes de estabelecer ligações de hidrogênio com a água, além da introdução de grupos hidrofóbicos que podem obviamente promover ligação de Van der Waals com as moléculas de lipídeos (ALI; HASNAIN, 2014). Mesmo assim, os dois amidos apresentam consideravelmente baixa CAA e CAO. Tal característica é desejável para alimentos que requerem baixa capacidade de absorção de água ou gordura do meio no qual está inserido, melhorando atributos de texturas como, por exemplo, a crocância (SANTOS, 2011), seja em biscoitos, salgados ou produtos desidratados.

**Tabela 3.** Capacidade de absorção de água (CAA) e óleo (CAO) do amido nativo e modificado de Inhambu (*Dioscorea trifida* L.).

Amostra	CAA (gÁgua/gAmido)	CAO (gÓleo/gAmido)
Amido nativo	0,68 <sup>b</sup> ± 0,00	0,85 <sup>b</sup> ± 0,01
Amido modificado	0,76 <sup>a</sup> ± 0,01	0,93 <sup>a</sup> ± 0,01

Letras minúscula diferentes na mesma coluna indicam que diferiram entre os tratamentos através do teste F a 5% de probabilidade.

A introdução do grupo acetila aumentou o acesso de água nas matrizes de amido de inhambu, o que resultou em aumento da hidratação, revelando que a tendência hidrofílica do amido aumentou com a acetilação. Foi observado, por meio do MEV (Figura 9) aglomerados de grânulos no AM, o que possivelmente facilitou a absorção de moléculas de água no seu interior, elevando a capacidade de absorção de água em relação ao AN. O aumento na capacidade de absorção de óleo do amido é principalmente dependente do aprisionamento físico do óleo pela estrutura do amido (SHUBEENA et al., 2015).

Resultados diferentes foram relatados por Awolu e Olofinlae (2016) em amido de inhame acetilado, apresentando maior CAA e menor CAO, sendo 1,09 e 0,46, respectivamente, comparados com o amido de inhambu. Hoover e Sosulski (1986) relataram que a predisposição de absorção de água é influenciada pelo grau de associação intermolecular entre polímeros de amido devido a forças associativas como hidrogênio e ligação covalente.

### 8.3. Concentração de geleificação mínima do amido nativo e modificado

A menor concentração de formação de gel (GLC) (Tabela 4) do amido analisado foi 10% e 4% para o não-modificado e modificado, respectivamente. Conhecer a concentração mínima de formação de gel é essencial para controlar adequadamente a aplicação de um amido, pois o menor da GLC tem a melhor capacidade de geleificação.

O amido modificado teve comportamento diferenciado do amido nativo, exibindo menor índice de GLC, além de promover gel firme e muito firme com menor concentração de amido. Sendo viável para as indústrias que necessitem desta característica, já que, será necessária uma menor quantidade de amido de inhambu modificado para obtenção do gel, quando comparado com o amido nativo. De acordo com Awolu; Olofinlae (2016) e Falade; Ayetigbo (2017) o amido de inhame são melhores agentes geleificantes quando modificado quimicamente por acetilação.

**Tabela 4.** Poder de geleificação do amido inhambu (*Dioscorea trifida* L.) em diferentes concentrações.

Concentração % (v/v)	Amostras de amidos	
	Amido Nativo	Amido Modificado
2	Viscoso	Viscoso
4	Gel fraco	Gel
6	Gel fraco	Gel
8	Gel fraco	Gel
10	Gel	Gel firme
12	Gel	Gel firme
14	Gel firme	Gel firme
16	Gel firme	Gel firme
18	Gel firme	Gel firme
22	Gel firme	Gel firme

24

Gel muito firme

Gel muito firme

A Tabela 5 é representada pelos dados experimentais de dureza em relação diferentes concentrações de gel do amido nativo e modificado. Com esse parâmetro é possível prescrever e confirmar a propriedade de geleificação. A dureza dá uma ideia da firmeza do gel, ou seja, instrumentalmente a força requerida para causar uma determinada deformação.

**Tabela 5.** Análise instrumental do perfil de textura (dureza) do amido inhambu (*Dioscorea trifida* L.) nativo e modificado em diferentes concentrações.

Concentração % (v/v)	Dureza (N)	
	Amido Nativo	Amido Modificado
4	4,27	5,16
8	4,75	5,63
10	5,08	6,64
12	5,80	6,74
14	6,27	6,79
24	7,13	7,28

As equações (19 e 20) quadráticas explicaram satisfatoriamente a variação do parâmetro dureza para o amido nativo e modificado em função das concentrações de géis. Esses modelos tiveram uma melhor representação devido ao elevado valor de  $R^2$ , por compreenderem coeficientes significativos ( $P < 0,05$ ) e desvio de regressão como esperado. Evidenciaram uma tendência ao acréscimo dos valores da força com uma maior concentração dos géis.

$$DAN(N) = -0,0038G^2 + 0,2595G + 3,1276 \quad (19)$$

$$R^2 = 0,96$$

$$DAM(N) = -0,0064G^2 + 0,3064G + 3,9476 \quad (20)$$

$$R^2 = 0,95$$

A modificação do amido de inhambu influenciou diretamente na coloração dos géis, mostrando-se diferença principalmente no parâmetro luminosidade,  $L^*$  (0 preto/100 branco). Visto que o gel do amido nativo tem tendência ao branco e o amido modificado à transparência, sendo verificado na Tabela 6 (análise de cor) e Figura 14. No fator  $a^*$  (-

verde/+vermelho) os amidos não obtiveram diferença significativa, com proximidade ao verde. O b\*(-azul /+amarelo) do AN tendeu ao amarelo e o AM ao azul. Assim, o amido modificado apresentou aparência mais límpida que o nativo. Esta característica influenciou diretamente na escolha da aplicação do amido, onde a cor do gel é predominante.

**Tabela 6.** Cor do gel do amido de inhambu (*Dioscorea trifida* L.) nativo e modificado.

Amostra	L*	a*	b*
Amido nativo	67,47 <sup>a</sup> ± 0,00	-1,49 <sup>a</sup> ± 0,00	0,74 <sup>a</sup> ± 0,010
Amido modificado	51,63 <sup>b</sup> ± 1,02	-1,37 <sup>a</sup> ± 0,82	-2,11 <sup>b</sup> ± 0,43

Letras minúscula diferentes na mesma coluna indicam que diferiram entre os tratamentos através do teste F a 5% de probabilidade.



**Figura 14.** Gel do amido nativo (a) e amido modificado (b).

#### 8.4. Sinérese do amido nativo e modificado

A sinérese ocorre pela liberação de água do gel com o passar do tempo (Tabela 7). Pode-se observar que o amido nativo e modificado obteve o mesmo comportamento até o período de 15 dias, apresentando a mesma estabilidade, sendo considerado um bom resultado, já que diversas indústrias almejam amidos com baixa sinérese, pois afeta diretamente na qualidade e vida útil dos alimentos.

**Tabela 7.** Sinérese dos géis de amido do amido de inhambu nativo e modificado.

Amostras	Tempo de armazenamento (dias)				
	1	2	3	5	15



Amido Nativo (%)	3,38 <sup>a</sup>	NL	NL	NL	NL
Amido modificado (%)	3,03 <sup>a</sup>	NL	NL	NL	NL

Letras minúscula diferentes na mesma coluna indicam que diferiram entre os tratamentos através do teste F a 5% de probabilidade. NL- Não teve liberação de água.

De acordo com Kemas et al., (2017), amidos de tubérculo acetilados são capazes de eliminar a sinérese, neste estudo, não houve liberação de água até o período de 7 dias. O aumento na porcentagem de sinérese de géis de amido durante o armazenamento tem sido atribuído à interação entre a amilose lixiviada e as cadeias de amilopectina, resultando na formação de zonas de junção (PERERA; HOOVER, 1999). Esta análise é importante para caracterizar um tipo de amido em termos de sua aplicação em alimentos refrigerados e/ou congelados, pois a liberação de água é prejudicial à qualidade do produto final (APLEVICZ; DEMIATE, 2007). Pode-se visualizar que o AN e AM podem ser destinados a esse tipo de aplicação, durante 15 dias de armazenamento, já que apresentam resistência a liberação de água por esse tempo.

#### 8.5. Transparência da pasta do amido de inhambu nativo e modificado

Na Figura 15 estão apresentados os valores experimentais e preditos relacionando a transparência da pasta em função dos dias analisados para cada amido. Pode-se verificar que existe efeito cúbico (Equação 21) para o amido nativo e quadrático (Equação 22) para o amido modificado, com coeficientes significativos ( $P < 0,05$ ) e elevado valor de  $R^2$ . Portanto, os modelos descritos são adequados para explicar de forma satisfatória o comportamento para o parâmetro transparência da pasta em função do tempo.

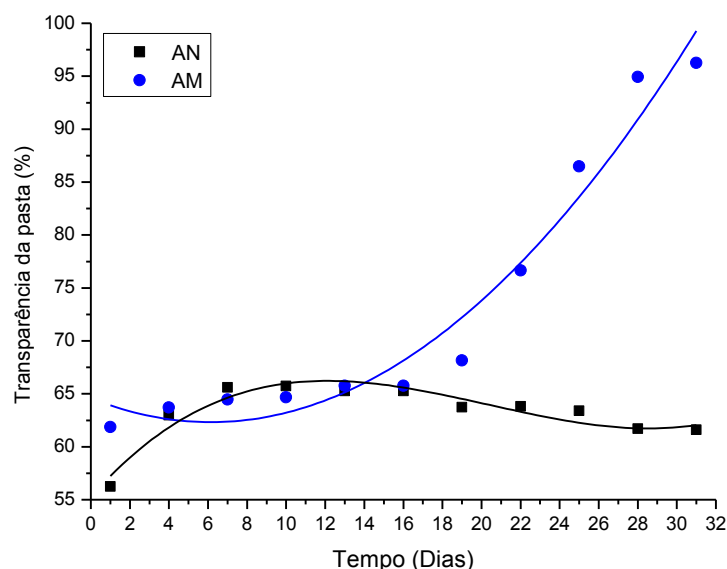
$$TPAN (\%) = 0,002T^3 - 0,1238T^2 + 2,1087T + 55,243 \quad (21)$$

$$R^2 = 0,91$$

$$TPAM (\%) = 0,098T^2 - 0,734T + 64,579 \quad (22)$$

$$R^2 = 0,96$$

O amido nativo apresentou valor inicial de 56% de transmitância, com um pequeno acréscimo até o dia 10, para 65%. Logo depois, reduziu um pouco e manteve os valores em torno de 61% a 63% até os 31 dias. Já para o amido acetilado promoveu aumento na transparência da pasta na medida que os dias foram passando, partindo de 62% até 96%, sendo um resultado consideravelmente elevado (Figura 15).



**Figura 15.** Valores experimentais e dados estatísticos para transparência da pasta em função do tempo do amido de inhambu nativo (AN) e modificado (AM).

O aumento perceptível na porcentagem de transmitância do amido modificado durante o período analisado pode ser explicado pela ação dos grupos funcionais volumosos introduzidos na molécula de amido, criando forças repulsivas entre a cadeia de amido adjacente que impediram as moléculas de se reassociarem novamente (ALI; HASNAIN, 2014; LUTFI et al., 2017).

A transparência da pasta é um atributo importante para a aplicação do amido em alimentos. Dependendo do produto, pode ser preferível a característica de transparência ou opacidade. Na análise do MEV (Figura 8) pode-se visualizar que os grânulos de amido nativo apresentaram uma estrutura mais desorganizada, com pouco espaço entre os grânulos, dificultando assim a passagem de luz (Figura 9). Já o amido modificado promoveu mais espaços entre os grânulos de amido, favorecendo a passagem de luz através das cadeias, confirmando assim, pastas mais transparentes do que o AN.

#### IV - CONCLUSÕES

Os amidos de inhambu (*Dioscorea trifida* L.) nativo e o modificado apresentaram características como sendo claro, inodoro e insípido. O baixo grau de substituição do amido acetilado não afetou nas características químicas e físico-químicas em relação ao amido nativo, demonstrando considerável teor de amilose aparente, com elevado grau de pureza e qualidade devido aos baixos teores de lipídeos, proteínas e cinzas; apresentou pequenas mudanças nas propriedades térmicas (TGA e DSC) e morfológicas (MEV e DRX), com predominância na estrutura (FTIR) e nas propriedades tecnológicas.

Os amidos nativo e modificado demonstraram alta estabilidade térmica quando comparado com a literatura, grânulos resistentes e menos suscetíveis à quebra com aquecimento prolongado, podendo ser indicado na aplicação de produtos que utilizam processamento envolvendo alta temperatura. Os grânulos dos amidos tiveram formatos semelhantes (esféricos e poucas rachaduras), com superfícies lisas e tamanhos classificados como pequenos e médios. O AM constituiu uma nova organização estrutural, com diâmetro médio maior que o AN. O difratograma de raios-X dos amidos possibilitou classifica-los como padrão de difração tipo C e por meio da Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier confirmou a incorporação do grupo funcional acetila na molécula do amido.

O baixo grau de substituição, associado as diferenças dos grânulos do amido modificado demonstrado na microscopia, contribuiu para maior capacidade de solubilizar, intumescer, absorver de água e óleo, geleificação, transparência da pasta e baixa sinérese. Por evidenciarem estas características, o amido modificado pode ser destinado a diferentes segmentos da indústria alimentícia, como na aplicação de geleias; balas e doces; produtos fritos; melhorando atributos de texturas como, por exemplo, a crocância, seja em biscoitos, salgados ou produtos desidratados; coberturas; produtos refrigerados e congelados, como também na produção de biofilmes e filmes biodegradáveis.

Diante disso, agregar valor a uma fonte não convencional de amido, que é pouco explorada a fim avaliar sua potencialidade e possíveis aplicações, é de fundamental importância, como alternativa na área de alimentos e outros segmentos industriais. A partir deste estudo poderão ser realizados outros, com intuito de aprofundar conhecimento sobre essa fonte botânica de amido nativo e modificado.

## V - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- AKANBI, T. O.; NAZAMID, S.; ADEBOWALE, A. A. Functional and pasting properties of a tropical breadfruit (*Artocarpus altilis*) starch from Ile-Ife, Osun state. **International Food Research Journal**, v. 16, p.151-157, 2009.
- ALDANA, M. D. L.; GÓMEZ, T. B.; OCA, M. M. M.; AYERDI, S. S. G.; MERAZ, G. F.; PÉREZ, B. L. A. Isolation and Characterization of Mexican Jackfruit (*Artocarpus Heterophyllus* L.) Seeds Starch in Two Mature Stages. **Starch-Stärke**, v. 63, n. 6, p. 364-372, jun. 2011.
- ALI, T. M.; HASNAIN, A. Morphological, Physicochemical, and Pasting Properties of Modified White Sorghum (*Sorghum bicolor*) Starch. **International Journal of Food Properties**, v. 17, n. 3, p. 523–535, 2014.
- AMIDOS. **FOOD INGREDIENTS BRASIL**. Nº 35 – 2015. 31-56. Disponível em: <<http://www.revista-fi.com/materias/499.pdf>>. Acesso em 09 de dezembro de 2018.
- APLEVICZ, K. S.; DEMIATE, I. M. Caracterização de amidos de mandioca nativos e modificados e utilização em produtos panificados. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 27, n. 3, p. 478–484, 2007.
- ARIJAJE, E. O.; YA-JANE, W.; SHINN, S.; SHANH, S.; SHAH, U.; PROCTOR, A. Effects of Chemical and Enzymatic Modifications on Starch–Stearic Acid Complex Formation. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 62, n. 13, p. 2963–2972, 2014.
- ASCHERI, D. P. R.; MOURA, W. S.; ASCHERI, J. L. R.; CARVALHO, C. W. P. Caracterização Física e Físico-Química dos Rizomas e do Amido do Lírio-Do-Brejo (*Hedychium Coronarium*). **Pesquisa Agropecuária Tropical**, Goiânia, v. 40, n. 2, 159-166, abr./jun. 2010.
- ASHOGBON, A. O.; AKINTAYO, E. T. Recent trend in the physical and chemical modification of starches from different botanical sources : A review. **Starch/Stärke**, v. 66, p. 41–57, 2014.
- ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS – AOAC. Official Methods of analysis of Association of Official Chemists (13th ed.). Washington: AOAC. 2005.
- AWOLU, O. O.; OLOFINLAE, S. J. Physico-chemical, functional and pasting properties of native and chemically modified water yam (*Dioscorea alata*) starch and

production of water yam starch-based yoghurt. **Starch/Staerke**, v. 68, n. 7–8, p. 719–726, 2016.

BRASIL. **Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento - MAPA**. Instrução Normativa 23/2005. Disponível em:

<<http://sistemasweb.agricultura.gov.br/sislegis/action/detalhaAto.do?method=visualizarAtoPortalMapa&chave=1141329604>>. Acesso em: 12 de novembro de 2018.

BELLO-PÉREZ, L. A.; MONTEALVO, M. G. M.; ACEVEDO, E. G. Almidón: definición, estructura y propiedades. In: LAJOLO, F. M.; MENEZES, E. W.

**Carbohidratos em Alimentos Regionales Iberoamericanos**. Editora da USP, São Paulo, p.646, 2006.

BELLO-PÉREZ, L. A.; ZAMUDIO-FLORES, P. B.; MENDEZ-MONTEALVO, G.; RODRIGUEZ-AMBRIZ, S. L. Effect of low and high acetylation degree in the morphological , physicochemical and structural characteristics of barley starch. **LWT - Food Science and Technology**, v. 43, n. 9, p. 1434–1440, 2010.

BEUCHAT, L. R. Functional and electrophoretic characteristic of succunylated peanut flour proteins. **Journal Agriculture Chemistry**. V. 25, p. 258-260, 1997.

BOUSALEM, M., VIADER, V.; MARIAC, C.; GOMEZ, R.; HOCHU, I.; SANTONI, S.; DAVID, J. Evidence of diploidy in the wild Amerindian yam, a putative progenitor of the endangered species *Dioscorea trifida* (*Dioscoreaceae*). **Genome**, 2010, v.53, n. 5, p. 371-383, may. 2010.

BUSHRA, M.; XU, X. Y.; PAN, S. Y. Microwave assisted acetylation of mung bean starch and the catalytic activity of potassium carbonate in free-solvent reaction. **Starch/Staerke**, v. 65, p. 236–243, 2013.

CARVALHO, P. C. L.; CARVALHO, R. L. Coleção de genótipos silvestres e cultivados de *Dioscorea*. Recursos Genéticos e Melhoramento de Plantas para o Nordeste Brasileiro. Disponível

em:<<http://www.cpatsa.embrapa.br/catalogo/livrorg/dioscorea.pdf>>. Acesso em: 16 de junho de 2018.

CASTRO, D. S.; MOREIRA, I. S.; SILVA, L. M. M.; LIMA, J. P.; SILVA, W. P.; GOMES, P. J. FIGUEIRÊDO, R. M. F. Isolation and characterization of starch from pitomba endocarp. **Food Research International**, disponível online 20 de junho de 2018.

CEREDA, M.P. Propriedades gerais do amido. São Paulo: Fundação Cargil, p. 221, 2002.

- CHANDI, G. K.; SOGI, D. S. Functional properties of rice bran proteins concentrates. **Journal of Food Engineering**, v. 79, n. 2, p. 592-597, 2007.
- CHEN Q.; YU, H.; WANG, L.; ABDIN, Z. U.; CHEN, Y.; WANG, J.; ZHOU, W.; YANG, X.; KHAN, R. U.; ZHANG, H.; CHEN X. Recent progress in chemical modification of starch and its applications. **RSC Adv.**, v. 5, p. 67459-67474, 2015.
- CHUNG, H. J.; LIU, Q.; LEE, L.; WEI, D. Relationship between the structure, physicochemical properties and in vitro digestibility of rice starches with different amylose contents. **Food Hydrocoll**, v. 25, n. 5, p. 968-975, jul. 2011.
- CORNET, D.; SIERRA, J.; TOURNEBIZE, R.; NEY, B. Yams (*Dioscorea spp.*) plant size hierarchy and yield variability: emergence time is critical. **European Journal of Agronomy**, v.55, p.100-107, Apr, 2014.
- CORREIA, P. R.; NUNES, M. C.; COSTA, M. L. B. Food Hydrocolloids The effect of starch isolation method on physical and functional properties of Portuguese nut starches . II . *Q. rotundifolia* Lam . and *Q. suber* Lam . acorns starches. **Food hydrocolloids**, v. 30, n. 1, p. 448–455, 2013.
- COLUSSI, R.; PINTO, V. Z.; HALAL, S. L. M.; VANIER, N. L.; VILLA NOVA, F. A.; ZAVAREZEA, E. R.; DIAS, A. R. G. Structural, morphological, and physicochemical properties of acetylated high-, medium-, and low-amylose rice starches. **Carbohydrate Polymers**, v. 103, n. 1, p. 405–413, 2014.
- DAMODARAN, S.; PARKIN, K. L.; FENNEMA, O. R. **Química de alimentos de Fennema**. 4. ed. Porto Alegre: Artmed, 2010.
- DANKAR, I.; HADDARAH A.; OMAR F. E. L.; PUJOLÀ M.; SEPULCRE, F. Characterization of food additive-potato starch complexes by FTIR and X-ray diffraction. **Food Chemistry**, v. 260, 7-12, set. 2018.
- DAS, A. B.; SINGH, G; SING, S.; RIAR, C. S. Effect of acetylation and dual modification on physico-chemical, rheological and morphological characteristics of sweet potato (*Ipomoea batatas*) starch. **Carbohydrate Polymers**, v. 80, n. 3, p. 725–732, 2010.
- DEEPIKA, V.; KUMAR, K. J.; ANIMA, P. Isolation and physicochemical characterization of sustained releasing starches from *Dioscorea* of Jharkhand. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 55, p. 193-200, abr. 2013.
- DENARDIN, C. C.; SILVA, L. P. DA. Estrutura dos grânulos de amido e sua relação com propriedades físico-químicas. **Ciência Rural**, v. 39, n. 3, p. 945–954, 2009.

- DURANGO, A. M.; SOARES, N. F. F.; ANDRADE, N. J. Extração e caracterização do amido de inhame e desenvolvimento de filmes comestíveis antimicrobianos. **Revista Temas Agrários**, v. 14, n. 2, 2009.
- FALADE, K. O.; AYETIGBO, O. E. Effects of tempering (*annealing*), acid hydrolysis, low-citric acid substitution on chemical and physicochemical properties of starches of four yam (*Dioscorea spp.*) cultivars. **Journal of Food Science and Technology**, v. 54, n. 6, p. 1455–1466, 2017.
- FALADE, K. O.; AYETIGBO, E. O. Effects of annealing, acid hydrolysis and citric acid modifications on physical and functional properties of starches from four yam (*Dioscorea spp.*) cultivars. **Food Hydrocoll**, v. 43, p. 529–539, 2015.
- FAO. **FAOSTAT, DATABASE, CROP PRIMAR**, 2012. Disponível em: <[http://faostat3.fao.org/faostat-gateway/go/to/download/Q/\\*E](http://faostat3.fao.org/faostat-gateway/go/to/download/Q/*E),> Acesso em: 19 de maio de 2018.
- GOLACHOWSKI, A.; ZIEBA, T.; KAPELKO-ZEBERSKA, M.; DROZD, Z; GRYSZKIN, A.; GRZECHAC, M. Current research addressing starch acetylation. **Food Chemistry**, v. 176, p. 350–356, 2015.
- GRAAF, R. A.; BROEKROELOFS, G. A.; JANSSEN, L. P. B. M.; BEENACKERS, A. A. C. M. The kinetics of the acetylation of gelatinised potato starch. **Carbohydrate Polymers**, v. 28, p. 137-144, 1995.
- GRANZA, A. G.; TRAVALINI, A. P.; FARIAS, F. O.; COLMAN, T. A.; SCHNITZLER, E. Effects of acetylation and acetylation-hydroxypropylation (dual-modification) on the properties of starch from Carioca bean (*Phaseolus vulgaris* L.). **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 119, n. 1, p. 769–777, 2015.
- HALAL, S. L. M. E.; COLUSSI, R.; PINTO, V. Z.; BARTZ, J.; RADUNZ, M.; CARRENO, N. L. V., et al. Structure, morphology and functionality of acetylated and oxidised barley starches. **Food Chemistry**, v. 168, p. 247-256, 2015.
- HARVEY, A. C.; ADEBAYO, A. S.; WHEATLEY, A. O.; ASEMOTA, H. N.; RILEY, C. K. Effects of Acetylation on the Micromeritics of Yam (*Dioscorea sp.*) **Starch Powder for Pharmaceutical Application**, v. 23, p. 27–33, 2012.
- HINRICHS, R.; GOTZ, J.; WEISSER, H. Water-holding capacity and structure of hydrocolloid-gels, WPC-gels and yogurts characterized by means NMR. **Food Chemistry**, London, v. 82, n. 1, p. 155-160, July 2003.

- HONG, J.; ZENG, X. A.; BUCKOW, R.; HAN, Z.; WANG, H. S. Nanostructure, morphology and functionality of cassava starch after pulsed electric fields assisted acetylation. **Food Hydrocolloids**, v. 54, p. 139–150, 2016.
- HOOVER, R., SOSULSKI, F. Studies on the functional characteristics and digestibility of starches from *Phaseolus vulgaris* biotypes. **Starch/Stärke**, v. 37, p. 181–191, 1986.
- HORNUNG P.S., C.S. DE OLIVEIRA, M. LAZZAROTTO, S.R. DA SILVEIRA LAZZAROTTO, E. SCHNITZLER, Investigation of the photo-oxidation of cassava starch granules. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 123, p.2129–2137, 2016a.
- HORNUNG P.S., L. DO PRADO CORDOBA, S.R. DA SILVEIRA LAZZAROTTO, E. SCHNITZLER, M. LAZZAROTTO, R.H. RIBANI. Brazilian dioscoreaceas starches, **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**. 2016b.
- HORNUNG, P. S.; ÁVILA, S.; LAZZAROTTO, M.; LAZZAROTTO, S. R. S.; SIQUEIRA, G. L. A.; SCHNITZLER, E.; RIBANI, R. H. Enhancement of the functional properties of *Dioscoreaceas* native starches: Mixture as a green modification process. **Thermochimica Acta**, v. 649, p. 31–40, 2017a.
- HORNUNG, P.S; CORDOBA, L.P; LAZZAROTTO, S.R.S; SCHNITZLER, E.; LAZZAROTTO, M.; RIBANI, R.H. Brazilian Dioscoreaceas starches Thermal: structural and rheological properties compared to commercial starches. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 127, p. 1869–77, 2017b.
- HUANG, J.; SCHOLS, H. A.; JIN, Z.; SULMAN, E.; VORAGEN, A. G. J.; Characterization of differently sized granule fractions of yellow peas, cowpea and chickpea starches after modification with acetic anhydride and vinyl acetate. **Carbohydrate Polymers**, v. 67, p. 11-20, 2007.
- HUANG, H.; JIANG, Q.; Y. CHEN; LI, X.; MAO, X.; CHEN, X.; HUANG, L.; GAO, W. Preparation, physico-chemical characterization and biological activities of two modified starches from yam (*Dioscorea opposita* Thunb.). **Food Hydrocolloids**, v.55, p.244-253, 2016.
- IZIDORO, D. R.; SIERAKOWSK, M.; ISIDORO, C. W.; SOUZA, C. F.; SCHEER; Agnes de Paula. Physical and chemical properties of ultrasonically, spray-dried green banana (*Musa cavendish*) starch. **Journal of Food Engineering**, v. 104, p. 639–648, 2011.
- JACOBSON, M. R.; OBANNI, M.; BEMILLER, J. N. Retrogradation of starches from different botanical sources. **Cereal Chemistry**, v. 74, p. 511–518, 1997.



- JAISWAL, P.; KUMAR, K. J. Physicochemical properties and release characteristics of starches from seeds of Indian Shahi Litchi. **International Journal of Biological Macromolecules**, v.79, p. 256-261, ago. 2015.
- JIANG, Q., GAO, W., LI, X., XIA, Y., WANG, H., WU, S., HUANG, L., LIU, C., & XIAO, P. Characterizations of starches isolated from five different *Dioscorea* L. species. **Food Hydrocolloids**, v. 29, n. 1, p. 35-41, out. 2012.
- JIANG, Q.; GAO, W.; SHI, Y.; LI, X.; WANG, H.; HUANG, L.; XIAO, P. Physicochemical properties and *in vitro* digestion of starches from different *Dioscorea* plants. **Food hydrocoll**, v. 32, n. 2, p. 432-39, 2013.
- JOLY, G.; ANDERSTEIN, B. Ingredients in meat products: properties, functionality and applications. **Springer-Verlag**, R. Tarté (Ed.), New York, 2009.
- KUMORO, A.; RETNOWATI, D.; BUDIYATI, C. Microwave assisted synthesis and characterization of acetate derivative cassava starch. **American Journal of Food Technology**, v. 5, p.100-110, 2010.
- KEMAS, C. U. et al. Starch-based xerogels: Effect of acetylation on Physicochemical and rheological properties. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 98, p. 94–102, 2017.
- KHAN, K. H.; ALI, T. M.; HASNAIN, A. Effect of chemical modifications on the functional and rheological properties of potato (*Solanum tuberosum*) starches. **The Journal of Animal & Plant Sciences**, v. 24, n. 2, p. 550–555, 2014.
- LAI, Y. C.; WANG, S. Y.; GAO, H. Y.; NGUYEN, K. M.; NGUYEN, C. H.; SHIH, M. C.; LIN, K. H. Physicochemical properties of starches and expression and activity of starch biosynthesis-related genes in sweet potatoes. **Food Chemistry**, v. 199, p. 556-564, maio. 2016.
- LAJOLO, F. M.; MENEZES, E. W. **Carboidratos em alimentos regionais iberoamericano**. São Paulo: Edusp, cap. 1, p. 17-46, 2006.
- LAN, X.; LI, Y.; XIE, S.; WANG, Z. Ultrastructure of underutilized tuber starches and its relation to physicochemical properties. **Food Chemistry**, v. 188, p. 632-640, dez. 2015.
- LAWAL, O. S.; ADEBOWALE, K. O. Physicochemical characteristics and thermal properties of chemically modified jack bean (*Canavalia ensiformis*) starch. **Carbohydrate Polymers**, v. 60, n. 3, p. 331–341, 2005.

- LEACH, H. W.; MCCOWEN, L. D.; SCHOCH, T. J. Structure of starch granule. I. Swelling and solubility patterns of various starches. **Cereal Chemistry**, v. 36, n. 6, p. 534-544, 1959.
- LEBOT, V. **Tropical root and tuber crops: cassava, sweet potato, yams and aroids**. Wallingford: CABI. Crop production science in horticulture, n.17, 2009, 413 p.
- LEONEL, M. Análise da forma e tamanho de grânulos de amidos de diferentes fontes botânicas. **Ciência Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 27, n. 3, p. 579-588, jul./set. 2007.
- LI, X. et al. Food Hydrocolloids Evaluation of three traditional Chinese medicine (TCM) starches and potential application in health product industry. **Food hydrocolloids**, v. 40, p. 196–202, 2014.
- LINDEBOOM, N.; CHANG, P. R.; TYLER, R. T. Analytical, biochemical and physicochemical aspects of starch granule size, with emphasis on small granule starches: A review. **Starch/Stärke**, v. 56, n. 3-4, p. 89-99, abr. 2004.
- LIPORACCI, J. S. N., MALI, S., e GROSSMANN, M.V.E. Efeito do método de extração na composição química e nas propriedades funcionais do amido de inhame (*Dioscorea alata*). **Ciências Agrárias**, v. 26, n. 3, 345-352, 2005.
- LUTFI, Z.; NAWAB, A.; ALAM, F.; HASNAIN, A. Morphological, physicochemical, and pasting properties of modified water chestnut (*Trapabispinosa*) starch. **International Journal of Food Properties**, v. 20, n. 5, p.1016–1028, 2017.
- MADRUGA, M. S. et al. Chemical, morphological and functional properties of Brazilian jackfruit (*Artocarpus heterophyllus* L.) seeds starch. **Food Chemistry**, v. 143, p. 440–445, 2014.
- MALI, S.; GROSSMANN, M. V. E. G.; YAMASHITA, F. Filmes de amido: produção, propriedades e potencial de utilização Starch films: production, properties and potential of utilization. **Semina: Ciências Agrárias**, v. 31, n. 1, p. 137-156, jan./mar. 2010.
- MALINSKI, E.; DANIEL, J.R.; ZHANG, X.X.; WHISTLER, R.L. Isolation of small starch granules and determination of their fat mimic characteristics. **Cereal Chemistry Journal**, v. 80, n.1, p. 1-4, 2003.
- MARTINEZ, C.; CUEVAS, F. Evaluación de la calidad culinaria y molinera del arroz. Guia de estudo. CIAT, p. 75, 1989.
- MASON, W.R.; BEMILLER, J.; WHISTLER, R. Chapter 20 - Starch Use in Foods. **Food Science and Technology**, p. 745-795, 2009.

- MATTI, E.; TOMAS, A.; PASI, S.; REINO, L. Determination of the degree of substitution of acetylated starch by hydrolysis <sup>1</sup>H NMR and TGA/IR. **Carbohydr. Polym.**, v. 57, p. 261–267, 2004.
- MBOUGUENG, P. D. et al. Influence of acetylation on physicochemical, functional and thermal properties of potato and cassava starches. **Journal of Food Engineering**, v. 108, n. 2, p. 320–326, 2012.
- MELO NETO, B. A. et al. Thermal-morphological characterisation of starch from peach-palm (*Bactris Gasipaes* kunth) fruit (Pejibaye). **International Journal of Food Properties**, v. 20, n. 5, p. 1007–1015, 2016.
- MELO NETO, B. A.; BARBOSA, A. A.; SANTOS LEITE, C. X.; ALMEIDA, P. F.; BONOMO, R. C. F.; PONTES, K. V. Chemical composition and functional properties of starch extracted from the pejibaye fruit (*Bactris gasepaes* Kunth.). **Acta Scientiarum. Technology**, v. 37, n. 1, p. 105-110, jan. 2015.
- MIAO, M.; LI, R.; JIANG, B.; CUI, S. W.; ZHANG, T.; JIN, Z. Structure and physicochemical properties of octenyl succinic esters of sugary maize soluble starch and waxy maize starch. **Food Chemistry**, v. 151, p. 154-160, 2014.
- MORAES, O.M.G.; CHAVES, M.B. Método espectrofotométrico para a determinação de amido em produtos cárneos. In: Encontro Nacional de Analistas de Alimentos, 4º, Belo Horizonte, p. 281, 1988.
- MENDES, L. N.; SILVA, J.A.; FAVERO, L.A. Panorama da produção e comercialização do inhame no mundo e no Brasil e sua importância para o mercado pernambucano: uma análise das cinco forças competitivas. **Convibra**, v. 3, p.1–12, 2013.
- MENDOZA, J. S.; RUYDIAZ, J. H.; QUINTERO, A. F.. Effect of the acetylation process on native starches of yam (*Dioscorea spp.*). **Revista Facultad Nacional de Agronomía Medellín**, v. 69, n. 2, p. 7997-8006, 2016.
- MESQUITA, C. B.; LEONEL, M.; FRANCO, C. M. L.; LEONELA, S.; GARCIA, E. L.; SANTOS, T. P. R. Characterization of banana starches obtained from cultivars grown in Brazil. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 89, p. 632–639, ago. 2016.
- MINGOTTE, F. L. C.; HANASHIRO, R. K.; FORNASIERI FILHO, D. Características físico-químicas do grão de cultivares de arroz em função da adubação nitrogenada. **Semina: Ciências Agrárias**, v. 33, n. 0, p. 2605–2618, 2012.

- MUHAMEDBEGOVIĆ, B.; ŠUBARIĆ, D.; BABIĆ, J.; ACKAR, D.; JAŠIĆ, M.; KERAN, H.; BUDIMLIĆ, A.; MATAS, I. Modification of potato starch. **Journal of Science-professional from Chemistry and Technology**, v. 5, n. 2, p. 1-54, dez. 2012.
- NAIDOO, K.; AMONSOU, E. O.; OYEYINKA, S. A. In vitro digestibility and some physicochemical properties of starch from wild and cultivated amadumbe corms. **Carbohydrate Polymers**, v. 125, p. 9–15, 2015.
- NASCIMENTO, W. F. et al. Spatially structured genetic diversity of the Amerindian yam (*Dioscorea trifida* L.) assessed by SSR and ISSR markers in Southern Brazil. **Genetic Resources and Crop Evolution**, v. 60, n. 8, p. 2405–2420, 2013.
- NODA T., TAKIGAWA S., MATSUURA-ENDO C., SUZUKI, T., HASHIMOTO N., KOTTEARACHCHI, N.S., YAMAUCHI, H., & ZAIDUL, I.S. Factors affecting the digestibility of raw and gelatinized potato starches. **Food Chem**, v. 110, n. 2, p. 465-470, set. 2008.
- NOGUEIRA, G. F.; FAKHOURI, F. M.; OLIVEIRA, R. A. Extraction and characterization of arrowroot (*Maranta arundinaceae* L.) starch and its application in edible films. **Carbohydrate Polymers**, v. 186, p. 64-72, abr. 2018.
- NEELAM, K.; VIJAY, S.; LALIT, S. Various techniques for the modification of starch and the applications of its derivatives. **International Research Journal of Pharmacy**, v. 3, n. 5, p. 25–31, 2012.
- OKE, M. O.; AWONORIN, S. O.; WORKNEH, T. S. Expansion ratio of extruded water yam (*Dioscorea alata*) starches using a single screw extruder. **African Journal of Agricultural**, v. 8, n. 9, p. 750–762, 2013.
- OLI, P.; WARD, R.; ADHIKARI, B.; TORLEY, P. Colour change in rice during hydration: effect of hull and bran layers. **Journal of Food Engineering**, v. 173, p. 49–58, 2016.
- OLIVEIRA, R. C.; DOCE, R. C.; BARROS, S. T. D. Clarification of passion fruit juice by microfiltration: Analyses of operating parameters, study of membrane fouling and juice quality. **Journal of Food Engineering**, v. 111, n. 2, p. 432–439, 2012.
- OTEBAYO, B.; OGUNIYAN D.; AKINWUMI, O. Physicochemical and functional characterization of yam starch for potential industrial applications. **Starch/Stärke**, v. 66, p. 235-250, mar. 2014.
- PARKER, R.; RING, S. G. Aspects of the physical chemistry of starch. **Journal of Cereal Science**, v. 34, p. 1-17, 2001.

- PEDRALLI, G. **Revisão taxonômica das espécies de dioscoreaceae (R.BR) Lindley da cadeia do espinhaço, Minas Gerais e Bahia, Brasil.** 1998. 500 fls. Tese (Doutorado em Ciências Biológicas) - Universidade de São Paulo, São Paulo, 1998.
- PERERA, C.; HOOVER, R. Influence of hydroxypropylation on retrogradation properties of native, defatted and heat-moisture treated potato starches. **Food Chemistry**, v. 64, n. 3, p. 361–375, 1999.
- PÉREZ, E.; ROLLAND-SABATÉ, A.; DUFOUR, D.; GUZMÁN, R.; TAPIA, M.; RAYMUNDEZ, M.; RICCI, R.; GUILOIS, S.; B. PONTOIRE; M. REYNES; O. GIBERT, Isolated starches from yams (*Dioscorea* sp) grown at the Venezuelan Amazons: structure and functional properties. **Carbohydrate Polymers**, v. 98, n.1, p.650-658, oct. 2013.
- QIN, Y. et al. Characterization of starch nanoparticles prepared by nanoprecipitation : Influence of amylose content and starch type. **Industrial Crops & Products**, v. 87, p. 182–190, 2016.
- RACHED, B. L.; VIZCARRONDO, C. A.; RINCÓN, A. M.; PADILLA, F. Evaluation of the flour and starch from white and purple varieties of mapuey (*Dioscorea trifida*). **Archivos Latinoamericanos de Nutrición**, v. 56, n.4, p.375-383, 2006.
- RAMOS, A. DA S. et al. Assessment for sprouting seedlings of different parts of the purple yam tuber ( *Dioscorea trifida* L . f ). **Revista Brasileira de Agroecologia**, v. 9, n. 1, p. 170–175, 2014.
- REDDY, C. K.; HARIPRIYA, S.; MOHAMED, N. A.; SURIYA, M. Preparation and characterization of resistant starch III from elephant foot yam (*Amorphophallus paeonifolius*) starch. **Food Chemistry**, v. 155, p. 38-44, jul. 2014.
- REMYA, R.; JYOTHI, A. N.; SREEKUMAR, J. Morphological, structural and digestibility properties of RS4 enriched octenyl succinylated sweet potato, banana and lentil starches. **Food Hydrocolloids**, v. 82, p. 219-229, set. 2018.
- RIBEIRO, L. S.; CORDOBA, L. P.; COLMAN, T. A. D.; OLIVEIRA, C. S.; ANDRADE, M. M. P.; SCHNITZLER, E. Influence of some sugars on the thermal, rheological and morphological properties of pinhão starch. **J. Therm. Anal. Calorim**, v. 117, n. 2, p. 935-942, ago. 2014.
- RICKARD, J. E.; ASAOKA, M.; BLANSHARD, J. M. V. The physicochemical properties of cassava starch. **Tropical Science**, v. 31, p. 189 – 207, 1991.
- RINCON, M. A., RACHED, B. L., ARAGOZA, L. E., PADILLA, F., Efecto de la acetilacion y oxidacion sobre algunas propiedades del almidon de semillas de Fruto

- de pan (*Artocarpus altilis*). Archivos Latinoamericanos de Nutricion. **Organo Oficial de la Sociedad Latinoamericana de Nutricion**, v. 57, 2007.
- ROCHA, T. S.; DEMIATE, I. M.; FRANCO, C. M. L. Características estruturais e físico-químicas de amidos de mandiocinha-salsa (*Arracacia xanthorrhiza*). **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 28, n. 3, p. 620-628, jul./set. 2008.
- SAGUILÁN, A. A.; CRUZ, A. A.; MONTEALVO, G. M.; AMBRIZ, S. L. R.; SUAREZ, F. J. G.; CALDERÓN, D. E. P.; BELLO-PÉREZ, L. A. The effect of the structure of native banana starch from two varieties on its acid hydrolysis. **Food Science and Technology**, v.58, p.381-386, 2014.
- SALGADO, S. M.; GUERRA, N. B.; ANDRADE, S. A. C.; OLIVERA, A. V. S. Caracterização Físico-Química do Grânulo do Amido do Feijão-Caupi. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 25, n. 3, p. 525-530, jul./set. 2005.
- SANTOS, T. P. R.; LEONEL, M.; GARCIA É. L.; CARMO, E. L.; FRANCO, C. M. L. Crystallinity, thermal and pasting properties of starches from different potato cultivars grown in Brazil. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 82, p. 144–149, 2016.
- SANTOS, A. P. (2011). **Caracterização do amido nativo e modificação química do amido da fruta-de-lobo (*Solanum lycocarpum*) com tripolifosfato de sódio**. (Dissertação de mestrado). Universidade Estadual de Goiás.
- SAVADEKAR, N. R.; MHASKE, S. T. Synthesis of nano cellulose fibers and effect on thermoplastics starch based films. **Carbohydrate Polymers**, 89, p. 146–151, 2012.
- SÁNCHEZ-RIVERA, M. M. et al. Acetylation of banana (*Musa paradisiaca* L.) and maize (*Zea mays* L.) starches using a microwave heating procedure and iodine as catalyst : Partial characterization. **Starch**, v. 66, p. 155–164, april 2010.
- SANGUANPONG, V.; CHOTINEERANAT, S.; PIYACHOMKWAN, K.; GOATES, C.; CHINACHOTI P.; SRIROTH, K. Preparation and structural properties of small-particle Cassava Starch. **J. Sci. Food Agric**, v. 83, p. 760-768, abr. 2003.
- SANTANA, A. L.; MEIRELES, M. A. A. New starches are the trend for industry applications: a review. **Food and Public Health**, v. 4, n. 5, p. 229-241, out. 2014.
- SANTOS, T. P. R.; LEONEL, M.; GARCIA É. L.; CARMO, E. L.; FRANCO, C. M. L. Crystallinity, thermal and pasting properties of starches from different potato cultivars grown in Brazil. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 82, p. 144–149, 2016.

- SATHE, S. K.; SALUNKHE, D. K. Isolation and Partial Characterization of an Arabinogalactan from the Great Northern Bean (*Phaseolus vulgaris* L.). **Journal of Food Science**, v. 46, n. 4, p. 617–621, 1981.
- STARCH EUROPE. **The uses of starch**. Disponível em: <<http://www.starch.eu/>>. Acesso em: 15 Ago de 2018.
- SETSER, C.S.; RACETTE, W.L. Macromolecule replacers in food products. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v.32, n.3, p. 275-297,1992.
- SODHI, N. S; SINGH, N. Morphological, thermal and rheological properties of starches separated from rice cultivars grown in India. **Food Chemistry**, v. 80, p. 99-108, 2003.
- SHARLINA, E.M.S.; YAACOB, W.A.; LAZIM, A.M.; FAZRY, S.; LIM, S.J.; ABDULLAH, S.; NOORDIN, A.; KUMARAN M. Physicochemical Properties of Starch from *Dioscorea pyrifolia* tubers. **Food Chemistry**, v. 220, p. 225–32, 2017
- SHUBEENA, I. A.; GANI, A.; SHARMA P.; WANI, T. A. MASOODI, F. A.; HAMDANI, A.; MUZAFAR, S. Effect of acetylation on the physico-chemical properties of Indian Horse Chestnut (*Aesculus indica* L.) starch. **Starch/Staerke**, v. 67, n. 3–4, p. 311–318, 2015.
- SILVA, O. S. de; CARVALHO, P. C. L. de; MOREIRA, R. F. C.; CARNEIRO, J. L. Dos S. **Orientações técnicas para o cultivo do inhame**. Cruz das Almas, BA: Embrapa, 2012, 40p.
- SILVA, G. O.; TAKIZAWA, F. F.; PEDROSA, R. A.; FRANCO, C. M. L.; LEONEL, M.; SARMENTO, S. B. S.; DEMIATE, I. M. Características físico-químicas de amidos modificados de grau alimentício comercializados no Brasil. **Ciência Tecnologia de Alimentos**, v. 1, n. 26, p. 188-197, 2006.
- SINGH, A. V., NATH, L. K. Synthesis, characterization, and compatibility study of acetylated starch with lamivudine. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 108, p. 307-313, 2012.
- SINGH, A.; GEVEKE, D. J.; YADAV, M. P. Improvement of rheological, thermal and functional properties of tapioca starch by using gum arabic. **LWT - Food Science and Technology**, v. 80, p. 155-162, jul. 2017.
- SINGH, N.; SANDHU, K. S.; KAUR, M. Characterization of starches separated from Indian chickpea (*Cicer arietinum* L.) cultivars. **Journal of Food Engineering**, v. 63, n. 4, p. 441–449, 2004.
- SINGH, J; KAUR, L. Advances in potato chemistry and technology. 1st edn. Academic Press, Cambridge, p. 273–318, 2009.

SINGH, G.D.; BAWA, A.S.; SINGH, S.; SAXENA, D.C. Physicochemical, pasting, thermal and morphological characteristics of Indian water chesnut (*Trapanatans*) starch. **Starch/Stärke**, v.61, p.35–42, 2009.

SIQUEIRA, M. V.; NASCIMENTO, W. F.; SILVA, L. R.; FERREIRA, A. B.; SILVA, E. F., MING, LC. AND VEASEY, EA. Distribution, management and diversity of yam local varieties in Brazil: a study on *Dioscorea alata* L. **Brazilian Journal of Biology**, v. 74, n. 1, p. 52-61, fev. 2014.

SUKHIJA S.; SINGH S.; RIAR, C. S. Effect of oxidation, cross-linking and dual modification on physicochemical, crystallinity, morphological, pasting and thermal characteristics of elephant foot yam (*Amorphophallus paeoniifolius*) starch. **Hidrocolóides alimentares**, v. 55, p. 56-64, abr. 2016.

SYAHARIZA, Z. A.; SAR, S.; HASJIM, J.; TIZZOTTI, M. J.; GILBERT, R. G. The importance of amylose and amylopectin fine structures for starch digestibility in cooked rice grains. **Food Chemistry**, v. 136, n. 2, p. 742-749, jan. 2013.

TESTER, R.F.; KARKALAS, J.; QI, X. Review. Starch-composition, fine structure and architecture. **Journal of Cereal Science**. v. 39, n. 2, p.151-165, 2004.

THARANATHAN, R. N. Food-derived carbohydrates – Structural complexity and functional diversity. **Critical Reviews in Biotechnology**, v. 22, p. 65-84, 2002.

TORRES, L. L. G.; EL-DASH, A. A.; CARVALHO, C. W. P.; ASCHERI, J. L. R.; GERMANI, R.; MIGUEZ, M. Efeito da umidade e da temperatura no processamento de farinha de banana verde (*Musa acuminata*, Grupo AAA) por extrusão termoplástica. **Boletim da Sociedade Brasileira de Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Curitiba, v. 23, n. 2, p. 273-290, 2005.

TORRE-GUTIÉRREZ DE LA, L.; CHEL-GUERRERO, L. A.; BENTACUR-ANCONA, B. Functional properties of aquare banana (*Musa balbisiana*) starch. **Food Chemistry**, v. 106, p. 1138-1144, 2008.

UTRILLA-COELLO, R. G. et al. In vitro digestibility , physicochemical , thermal and rheological properties of banana starches. **Carbohydrate Polymers**, v. 101, p. 154–162, 2014.

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



- WARREN, F. J.; GIDLEY, M. J.; FLANAGAN, B. M. Infrared spectroscopy as a tool to characterise starch ordered structure- a joint FTIR-ATR, NMR, XRD and DSC study. **Polymers Carbohydrates**, v. 139, p. 35-42, mar. 2016.
- WANG, S.; WANG, J.; WANG, S.; WANG, S. Annealing improves paste viscosity and stability of starch. **Food Hydrocolloids**, v. 62, p. 203-211, 2017.
- WIREKO-MANU, F. D. et al. Physicochemical and Pasting Characteristics of Water Yam (*D. alata*) in Comparison with Pona (*D. rotundata*) from Ghana. **Source**, v. 1, n. 3, p. 149–158, 2011.
- WU, D.; SUN, D. W. Colour measurements by computer vision for food quality control – a review, **Trends in Food Science and Technology**, v. 29, n. 1, p. 5-20, jan. 2013.
- WU, Y.; LIN, Q.; CUI, T.; XIAO, H. Structural and physical properties of starches isolated from six varieties of millet grown in China. **International Journal of Food properties**, v. 17, p. 2344 – 2360, 2014.
- XU J.; QIRONG K.; WANG K; ZHOU S; WANG, S.; A; LIU, X.; B; WANG, S. Insights into molecular structure and digestion rate of oat starch. **Food Chemistry**, v. 220, p. 25–30, 2017.
- XIA, X. J.; LI, G. N.; LIAO, F. R.; ZHANG, F. S.; ZHENG, J.; KAN, J. Q. Granular structure and physicochemical properties of starches from amaranth grain. **International Journal of Food Properties**, v. 18, n. 5, p. 1029-1037, maio 2015.
- ZHANG, L., LIU, P., WANG, & GAO, W. Study on physico-chemical properties of dialdehyde yam starch with diferente aldehy de group contentes. **Thermochimica Acta**, v. 512,n.1-2, p. 196-201, jan. 2011.
- ZHANG, Y. et al. Anti-inflammatory steroids from the rhizomes of *Dioscorea septemloba* Thunb. **Steroids**, v.112, p. 95–102, aug. 2016.
- ZHANG, P.; HAMAKER B. R. Banana starch structure and digestibilit. **Carbohydrate Polymers** 87, 1552 – 1558, 2012.
- ZHANG, L.; ZUO, B.; WU, P.; WANG, Y.; GAO, W. Ultrasound effects on the acetylationof dioscorea starch isolated from *Dioscorea zingiberensis* C.H. Wright. **Chemical Engineering and Processing: Process Intensification**, v. 54, p.29-36, April, 2012.
- ZHANG XU, YU ZHANG, JINGJING LIAO, TING YU, RONGRONG HU, ZHENGSUN WU, QIANGXIAN WU. Preparation and properties of compatible starch-polycaprolactone composites: Effects of molecular weight of soft segments in polyurethane compatilizer. **Journal of Applied Polymer Science**. 2015.

ZHENG, G. H.; SOSULSKI, F. W. Determination of water separation from cooked starch and flour pastes after refrigeration and freeze-thaw. **Journal of food science**, v. 63, n. 1, p. 134-139, 1998.

ZIEBA, T.; SZUMNY, A.; KAPELKO, M. Properties of retrograded and acetylated starch preparations: Part 1. Structure, susceptibility to amylase, and pasting characteristics. **LWT – Food Science and Technology**, v. 44, p. 1314-1320, 2011.

ZOBEL, H.F. Starch Crystal Transformations and their Industrial Importance. **Starch/Stärke**, v. 40, p. 1-7, 1988.