



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
"JÚLIO DE MESQUITA FILHO"
Campus de Botucatu



EMERSON LOLI GARCIA

AMIDOS DE TUBEROSAS NATIVOS E MODIFICADOS POR EXTRUSÃO

Botucatu - SP
2017

EMERSON LOLI GARCIA

AMIDOS DE TUBEROSAS NATIVOS E MODIFICADOS POR EXTRUSÃO

Tese apresentada à Faculdade de Ciências Agronômicas da UNESP – Câmpus de Botucatu, para obtenção do título de Doutor em Agronomia (Energia na Agricultura).

ORIENTADORA: MAGALI LEONEL

Botucatu - SP

2017

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA SEÇÃO TÉCNICA DE AQUISIÇÃO E TRATAMENTO DA INFORMAÇÃO - DIRETORIA TÉCNICA DE BIBLIOTECA E DOCUMENTAÇÃO - UNESP - FCA - LAGEADO - BOTUCATU (SP)

G216a Garcia, Emerson Loli, 1982-
Amidos de tuberosas nativos e modificados por extrusão / Emerson Loli Garcia. - Botucatu : [s.n.], 2017
153 p. : fots. color., grafs. color., ils. color., tabs.

Tese (Doutorado) - Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Ciências Agrônômicas, Botucatu, 2017

Orientador: Magali Leonel
Inclui bibliografia

1. Batata-doce. 2. Mandioca. 3. Batata-baroa. 4. Processo de extrusão. I. Leonel, Magali. II. Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho" (Câmpus de Botucatu). Faculdade de Ciências Agrônômicas. III. Título.

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

CERTIFICADO DE APROVAÇÃO

TÍTULO: "AMIDOS DE TUBEROSAS NATIVOS E MODIFICADOS POR EXTRUSÃO"

AUTOR: EMERSON LOLI GARCIA

ORIENTADORA: MAGALI LEONEL

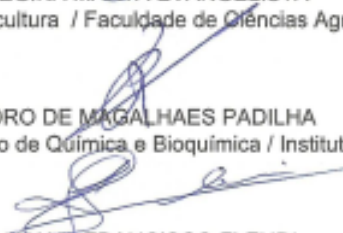
Aprovado como parte das exigências para obtenção do Título de Doutor em AGRONOMIA (ENERGIA NA AGRICULTURA), pela Comissão Examinadora:



Profa. Dra. MAGALI LEONEL
CERAT / Faculdade de Ciências Agrônomicas - UNESP



Profa. Dra. REGINA MARTA EVANGELISTA
Dep de Horticultura / Faculdade de Ciências Agrônomicas - UNESP



Prof. Dr. PEDRO DE MAGALHAES PADILHA
Departamento de Química e Bioquímica / Instituto de Biociências de Botucatu - UNESP



Profa. Dra. LUCIANA FRANCISCO FLEURI
Departamento de Química e Bioquímica / Instituto de Biociências de Botucatu - UNESP



Profa. Dra. ANA PAULA CERINO COUTINHO
Centro de Ciências Exatas e Ciências Sociais / UNIVERSIDADE DO SAGRADO CORAÇÃO

Botucatu, 21 de fevereiro de 2017.

In memoriam

Maria José Loli Garcia

Eleriy Romildes Loli Garcia

Anderson Loli Garcia

AGRADECIMENTOS

Primeiramente a Deus pela oportunidade e pelas batalhas enfrentadas, através delas mais um degrau foi alcançado.

A minha mãe 'Rosa', sem palavras!!!! É indescritível sua importância em minha vida.

A professora Magali Leonel pelo acolhimento, confiança, atenção e carinho durante todos esses anos.

Ao Centro de Raízes e Amidos Tropicais (CERAT) por permitir e possibilitar a execução deste trabalho.

A todos os amigos do laboratório Luiz, Danilo, Thaís, Ju, Lê, Daiana, Marília, Camila, Débora, claro que esqueci de muitos..... Gostaria de agradecer o privilégio de conviver com vocês. Aprendi muito com todos, valeu galera!!!

Aos professores Padilha (IB), Regina (Hort), Luciana (IB), Ana Paula (USC) obrigado pelas sugestões, foram essenciais para o aprimoramento do trabalho.

A professora Célia, Mariana e Flávia - IBILCE, por toda receptibilidade e apoio na realização das análises estruturais.

*Bendize, ó minha alma, ao Senhor, e tudo o que há em mim
bendiga ao seu santo nome.*

Salmo 103:1

RESUMO

O amido é o componente principal na maioria dos alimentos processados, atribuindo características únicas aos produtos. Para atender às várias demandas do mercado consumidor, muitas vezes os amidos necessitam ser modificados, e a tecnologia de extrusão é um dos processos disponíveis para a obtenção de amidos pré-gelatinizados. Comparado com os demais métodos de modificação, a extrusão é uma tecnologia limpa e versátil, tornando-se uma opção interessante para as indústrias. Diante do exposto, o presente estudo objetivou avaliar as características físico-químicas e tecnológicas dos amidos nativos de mandioca, batata-doce e mandioquinha-salsa, bem como, estudar o efeito da modificação por extrusão sobre as características desses amidos. Para o alcance desses objetivos, o trabalho foi dividido em dois experimentos. No primeiro experimento os amidos nativos foram caracterizados e modificados sob condições fixas de configuração e processamento no extrusor (temperatura de extrusão a 90 °C, rotação da rosca a 230 rpm e umidade a 20 % (m/m)). No segundo experimento, após terem sido constatados os efeitos do processo de extrusão sobre as características dos amidos das três fontes, foi avaliado por meio de ensaios em delineamento central composto rotacional, o efeito da variação da temperatura de extrusão (65 a 115 °C), rotação da rosca (205 a 255 rpm) e umidade (16 % a 24 % (m/m)) sobre as características dos amidos de mandioca e batata-doce. Os resultados mostraram efeito do processo de extrusão sobre as características dos amidos e correlação com as propriedades particulares de cada amido. Observando os parâmetros utilizados verificou-se que a temperatura é o fator de maior influência na modificação dos amidos avaliados. As condições de 22 % (m/m) de umidade dos amidos, 105 °C de temperatura na zona de extrusão e a rotação da rosca em 215 rpm permitem a obtenção de amidos totalmente gelatinizados de mandioca e batata-doce, os quais podem ter aplicações diversas no setor alimentício.

Palavras-chaves: Extrusão; Batata-doce; Mandioca; Mandioquinha-salsa.

STARCHES NATIVE TUBERS AND MODIFIED BY EXTRUSION

Tese (Doutorado em Agronomia – Energia na Agricultura) – Faculdade de Ciências Agrônômicas, Universidade Estadual Paulista. Botucatu, 2017.

Author: Emerson Loli Garcia

Adviser: Magali Leonel

SUMMARY

Starch is the main component in most processed foods giving unique characteristics to the products. To meet the various demands of the consumer market, starches often need to be modified, and extrusion technology is one of the processes available to obtain pregelatinised starches. Compared to other modification methods, extrusion is a clean and versatile technology, making it an interesting option for industries. The present study aimed to evaluate the physico-chemical and technological characteristics of cassava, sweet potato and Peruvian carrot starch without modification, as well as to study the effect of the extrusion process on the characteristics of these starches. To reach these objectives, the work was divided into two experiments. In the first experiment native starches were characterized and modified under fixed conditions of extruder configuration and processing (90°C of extrusion temperature, 230 rpm of screw speed and 20 % (w/w) of moisture). Results showed significant effects of the extrusion process on the characteristics of the three analyzed starches, so, the second experiment was carried out in a central composite design rotational to evaluate the effect of extrusion temperature (65 to 115°C), screw speed (205 to 255 rpm) and moisture (16 to 24 % (w/w)) on the characteristics of cassava and sweet potato starches. Results showed effect of the extrusion process on the characteristics of the starches and correlation with properties of each starch. Temperature was the factor of greater influence in the modification of the evaluated starches. Conditions of 22 % (w/w) moisture in the starches, 105 °C temperature in the extrusion zone and the screw speed of 215 rpm allow the production of fully gelatinized cassava and sweet potato starches, which may have various applications in the food sector.

Keywords: Extrusion; Sweet potato; Cassava; Peruvian carrots.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Cenário mundial e mercado brasileiro da mandioca nos últimos anos.....	30
Figura 2 - Panorama agrícola da batata-doce ao longo dos anos no Brasil	33
Figura 3 - Estrutura do grânulo de amido.	39
Figura 4 - Perfil estrutural do grânulo de amido 'modelo de cluster'	41
Figura 5 - Ângulos de difração dos polimorfismos Tipo A-, B- e C-	41
Figura 6 - Influência da temperatura no processo de gelatinização	44
Figura 7 - Perfil característico de gelatinização do amido obtido por análise térmica	47
Figura 8 - Corte transversal de um sistema de extrusão	49
Figura 9 - Zonas do parafuso e parâmetros ajustáveis em uma rosca de extrusão .	50
Figura 10 - Fluxograma de extração de amido	56
Figura 11 - Sistema completo de extrusão INBRA-RX	67
Figura 12 - Representação da cor sólida segundo escala CieLab e espacial no sistema Hunter	69
Figura 13 - Micrografias dos amidos de mandioca; batata-doce e mandioquinha-salsa obtidas em microscópio óptico de luz polarizada	73
Figura 14 - Perfil de distribuição dos grânulos nativos de mandioca; batata-doce e mandioquinha-salsa	74
Figura 15 - Micrografias dos amidos modificados de mandioca; batata-doce e mandioquinha-salsa obtidas em microscópio óptico de luz polarizada. Destaque para grânulos intactos ao processo.....	76
Figura 16 - - Padrão de polimorfismo para os amidos nativos e modificados.....	77
Figura 17 - Perfil de viscosidade dos amidos nativos e modificados por extrusão ...	88
Figura 18 - Perfil endotérmico dos amidos nativos e modificados.....	91
Figura 19 - Avaliação da distância euclidiana entre as fontes botânicas avaliadas	103
Figura 20 - Índice de absorção de água (IAA) do amido modificado de mandioca influenciado pelos parâmetros de extrusão	107
Figura 21 - Volume específico, índice de expansão e dureza do amido modificado de mandioca influenciado pelos parâmetros de extrusão.....	109
Figura 22 - Luminosidade, saturação e intensidade das cores do amido modificado de mandioca influenciado pelos parâmetros de extrusão.....	111

Figura 23 - Viscosidade inicial a frio (VI) do amido modificado de mandioca influenciado pelos parâmetros de extrusão	113
Figura 24 - Viscosidade máxima / pico de viscosidade (PV) e quebra de viscosidade (QV) do amido modificado de mandioca influenciado pelos parâmetros de extrusão	115
Figura 25 - Índices de absorção de água e solubilidade em água do amido modificado de batata-doce influenciado pelos parâmetros de extrusão	117
Figura 26 - Volume específico, índice de expansão e dureza do amido modificado de batata-doce influenciado pelos parâmetros de extrusão.....	119
Figura 27 - Luminosidade, pigmentos e saturação de cor do amido modificado de batata-doce influenciado pelos parâmetros de extrusão.....	122
Figure 28 - Viscosidade final e tendência em retrogradar do amido modificado de batata doce influenciado pelos parâmetros de extrusão.....	124

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição físico-química das raízes de mandioca	30
Tabela 2 - Composição físico-química da batata-doce <i>in natura</i> em 100 g ⁻¹ de raiz	32
Tabela 3 - Composição físico-química da raiz <i>in natura</i> de mandioquinha-salsa	35
Tabela 4 - Percentual de amilose para as raízes avaliadas em diferentes genótipos	37
Tabela 5 - Características morfológicas de amidos de raízes tuberosas	42
Tabela 6 - Perfil viscoamilográfico em genótipos de raízes tuberosas	45
Tabela 7 - Perfil endotérmico em amido de algumas raízes tuberosas	46
Tabela 8 - Parâmetros variáveis e fixos adotados na modificação via extrusão	68
Tabela 9 - Variáveis reais e codificadas do processo de extrusão	68
Tabela 10 - Índice de cristalinidade dos amidos nativos	76
Tabela 11 - Composição físico-química dos amidos nativos de mandioca, batata-doce e mandioquinha-salsa.....	78
Tabela 12 - Teor de fósforo e teor de amilose no amido nativo e modificado.....	79
Tabela 13 – Percentual das frações amídicas no amido nativo e a influência da modificação sobre o teor de amido resistente	81
Tabela 14 - Índices de solubilidade em água (ISA) e absorção de água (IAA) dos amidos nativos e modificados	83
Tabela 15 - Solubilidade (SS) e poder de inchamento (PI) dos amidos nativos e modificados	85
Tabela 16 – Perfil viscoamilográfico dos amidos nativos e modificados	87
Tabela 17 – Perfil térmico de gelatinização e percentual de retrogradação dos amidos nativos	90
Tabela 18 - Análise de correlação para o amido nativo de mandioca.....	93
Tabela 19 - Análise de correlação para o amido nativo de batata-doce	96
Tabela 20 - Análise de correlação para o amido modificado de batata-doce.....	98
Tabela 21 - Análise de correlação para o amido nativo de mandioquinha-salsa	100
Tabela 22 - Análise de correlação para o amido modificado de mandioquinha-salsa	102
Tabela 23 - Grau de dissimilaridade entre as fontes utilizadas no estudo	104
Tabela 24 - Equações estimadas e ANOVA para os parâmetros de qualidade e tecnológicos do amido modificado de mandioca	106

Tabela 25 - Equações estimadas e ANOVA para os parâmetros de qualidade e tecnológicos do amido modificado de batata-doce	116
---	-----

LISTA DE ABREVIATURAS

- AST** – Açúcar solúvel total
- RVA** - Analisador de Viscosidade Rápida
- cP** – Cent point – unidade de viscosidade (equivalente a 0,0833 RVU)
- RVU** – Unidade de viscosidade (equivalente a 12 cP)
- DP** – Grau de polimerização – unidades de resíduo de glicose (monômeros)
- ICL** – Tamanho das cadeias internas
- NC** – Número de cadeias por *clusters*
- MPa** – Megapascal (equivalente a 10^6 Pa)
- DSC** – Calorimetria Diferencial de Varredura
- ΔH – Variação de entalpia ($J g^{-1}$)
- ΔT – Variação de temperatura ($^{\circ}C$)
- T_0 – Temperatura inicial da fusão granular
- T_p – Temperatura máxima da fusão granular
- T_f – Temperatura final da fusão granular
- %R** – Percentual de retrogradação
- IC** – Índice de cristalinidade
- EU** – Unidade enzimática (1 EU equivale a $1 \mu mol min^{-1}$)
- AGU** – Unidade de amilogucosidase (1 AGU cliva $1 \mu mol min^{-1}$ de maltose)
- AR** - Amido resistente
- ALD** - Amido lentamente digerível
- ARD** - Amido rapidamente digerível
- VE** – Volume específico
- IE** – Índice de expansão
- D** - Dureza
- IAA** - Índice de absorção de água
- ISA** - Índice de solubilidade em água
- SS** – Solubilidade
- PI** – Poder de inchamento
- pH** – Potencial hidrogeniônico
- AmL** - Amilose
- L*** - Luminosidade
- a* / b*** - Pigmentos de cor

h° - Saturação da cor
C* - Intensidade da cor
VF - Viscosidade inicial a frio
PV – Pico de viscosidade (viscosidade máxima)
QV - Quebra de viscosidade
FV – Viscosidade final
TR – Tendência a retrogradação
T – Temperatura (°C)
rpm – Rotação por minuto
U – Umidade (% m/m)
KCl – Cloreto de potássio
HCl – Ácido clorídrico
KOH – Hidróxido de potássio
H₂SO₄ – Ácido sulfúrico
NaOH – Hidróxido de sódio
CaCl₂– Cloreto de cálcio
GOD – Glicose oxidase
S – Amostra
W – Água
N – Normalidade (Eq L⁻¹)

LISTA DE EQUAÇÕES

Equação 1 – Teor de umidade	56
Equação 2 – Teor de cinzas	57
Equação 3 – Teor de proteína	57
Equação 4 – Teor de lipídios	57
Equação 5 – Teor de açúcares totais	58
Equação 6 – Teor de fibra bruta	58
Equação 7 – Teor de amido	59
Equação 8 – Acidez titulável.....	60
Equação 9 – Cristalinidade dos grânulos	61
Equação 10 – Teor de amilose	62
Equação 11 – Percentual de glicose	63
Equação 12 – Amido rapidamente digerível	63
Equação 13 – Amido lentamente digerível	63
Equação 14 – Amido resistente.....	63
Equação 15 – Teor de fósforo	64
Equação 16 – Quantidade de amostra (RVA)	65
Equação 17 – Quantidade de água (RVA)	65
Equação 18 – Percentual de retrogradação	65
Equação 19 – Índice de absorção de água	66
Equação 20 – Índice de solubilidade em água	66
Equação 21 – Solubilidade.....	66
Equação 22 – Poder de inchamento	66
Equação 23 – Saturação de cor (°h)	69
Equação 24 – Intensidade da cor (*C).....	69
Equação 25 – Volume específico	70
Equação 26 – Amido resistente.....	71
Equação 27 – Modelo estatístico.....	72

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	27
2 REVISÃO DE LITERATURA	29
2.1 Culturas amiláceas	29
2.1.1 Características intrínsecas das raízes de mandioca, batata-doce e mandioquinha-salsa	29
2.2 Amido	35
2.2.1 Características físico-químicas e bioquímicas do amido	37
2.2.2 Propriedades de pasta e térmicas dos amidos.....	43
2.2.2.1 Propriedades de pasta	43
2.2.2.2 Propriedades térmicas.....	46
2.3 Tecnologia de extrusão	48
2.3.1 Influência da extrusão sobre as características do amido	51
3 MATERIAL E MÉTODOS	55
3.1. Obtenção dos amidos.....	55
3.1.1. Extração dos amidos de batata-doce e mandioquinha-salsa	55
3.2 Composição físico-química dos amidos nativos.....	56
3.2.1 Determinação do teor de umidade – Método 44-15.02	56
3.2.2 Determinação do teor de cinzas – Método 08-12.01	57
3.2.3 Determinação do teor de proteína – Método 46-10.01	57
3.2.4 Determinação do teor de lipídios – Método 30-25.01	57
3.2.5 Determinação do teor de açúcares totais – Método 80-60.01	58
3.2.6 Determinação do teor de fibra bruta – Método 32-10.01	58
3.2.7 Determinação do amido total – Método 76.13-01.....	59
3.2.8 Determinação do potencial hidrogeniônico (pH) – Método 02-52.01.....	59
3.2.9 Determinação da acidez titulável – Método 02-31.01.....	60
3.2.10 Determinação da distribuição dos tamanhos dos grânulos	60

3.2.11 Determinação da forma dos grânulos por microscopia eletrônica óptica.....	61
3.2.12 Determinação da cristalinidade dos grânulos	61
3.2.13 Determinação do teor de amilose	61
3.2.14 Determinação das frações do amido	62
3.2.15 Determinação do teor de fósforo.....	64
3.2.16 Determinação das propriedades de pasta	64
3.2.17 Determinação das propriedades térmicas	65
3.2.18 Determinação do índice de absorção de água (IAA) e índice de solubilidade em água (ISA).....	65
3.2.19 Poder de inchamento (PI) e solubilidade (SS)	66
3.3 Modificação por extrusão.....	66
3.3.1 Experimento 1.....	67
3.3.2 Experimento 2.....	67
3.4 Caracterização dos produtos extrusados.....	68
3.4.1 Determinação da cor.....	69
3.4.2 Determinação do índice de expansão.....	69
3.4.3 Determinação do volume específico.....	70
3.4.4 Determinação da dureza.....	70
3.4.5 Determinação do teor de amido resistente	70
3.4.6 Propriedades de pasta, índice de absorção de água (IAA), índice de solubilidade em água (ISA), poder de inchamento (PI) e solubilidade (SS).....	71
3.5 Análise estatística dos dados	71
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	73
4.1 EXPERIMENTO 1: CARACTERÍSTICAS FÍSICO-QUÍMICAS E TECNOLÓGICAS DOS AMIDOS NATIVOS E MODIFICADOS TERMOPLASTICAMENTE	73
4.1.1 Morfologia e distribuição de tamanho dos grânulos.....	73
4.1.2 Cristalinidade	76
4.1.3 Composição físico-química dos amidos nativos	78

4.1.4 Teores de fósforo e amilose	79
4.1.5 Frações amídicas	80
4.1.6 Índices de solubilidade (ISA) e absorção de água (IAA)	83
4.1.7 Poder de inchamento (PI) e solubilidade (SS).....	84
4.1.8 Propriedades de pasta dos amidos nativos e modificados.....	86
4.1.9 Propriedades térmicas dos amidos nativos e modificados	90
4.1.10 Análise de Correlação	92
4.1.10.1 Amido de mandioca.....	92
4.1.10.2 Amido de batata-doce	95
4.1.10.3 Amido de mandioquinha-salsa	99
4.1.11 Análise de <i>cluster</i>	103
4.1.12 Considerações.....	105
4.2 EXPERIMENTO 2: ENSAIO 1 – EFEITO DAS CONDIÇÕES DE EXTRUSÃO SOBRE AS CARACTERÍSTICAS FÍSICO-QUÍMICAS DO AMIDO DE MANDIOCA	106
4.2.1 Índice de absorção de água (IAA) e índice de solubilidade em água (ISA) dos extrusados de mandioca	106
4.2.2 Teor de amido resistente (AR) dos extrusados de mandioca.....	107
4.2.3 Volume específico (VE), índice de expansão (IE) e dureza (D) dos extrusados de mandioca.....	108
4.2.4 Parâmetros de cores para os extrusados de amido de mandioca.....	110
4.2.5 Perfil viscoamilográfico do amido modificado de mandioca	112
4.3 EXPERIMENTO 2: ENSAIO 2 – EFEITO DAS CONDIÇÕES DE EXTRUSÃO SOBRE AS CARACTERÍSTICAS FÍSICO-QUÍMICAS DO AMIDO DE BATATA- DOCE	115
4.3.1 Índice de absorção de água (IAA) e índice de solubilidade em água (ISA) dos extrusados de batata-doce.....	116
4.3.2 Teor de amido resistente (AR) em extrusados de batata-doce	118
4.3.3 Volume específico (VE), índice de expansão (IE) e dureza em extrusados de batata-doce	118

4.3.4 Luminosidade e componentes de cor dos extrusados de batata-doce	121
4.3.5 Características de pasta do amido modificado de batata-doce	123
5 CONCLUSÕES.....	126
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	127

1 INTRODUÇÃO

O amido está presente como macronutriente em muitos alimentos e sua propriedade e capacidade de interagir com outros constituintes, especialmente água e lipídios, são de interesse para indústria e para nutrição humana (COPELAND et al., 2009; WANG et al., 2014). De modo geral, o amido, está disponível em quantidades suficientes e os processos industriais permitem que o mesmo seja obtido com elevado teor de pureza, sendo uma fonte renovável e não tóxica (VAN DER BURGT et al., 2000).

Nas indústrias nacionais e internacionais de alimentos o amido é utilizado como ingrediente, podendo, entre outras funções, facilitar o processamento, melhorar a textura, servir como espessante e proteger os alimentos durante o processamento (ROCHA; DEMIATE; FRANCO, 2008).

Atualmente, o mercado de amido comercial restringe-se aos amidos de milho, batata, mandioca e trigo, nativos ou modificados. Há, entretanto, demanda por amidos com propriedades específicas para atender às diferentes exigências do setor alimentício (ROESLER et al., 2008). À medida que a indústria exige novas propriedades tecnológicas, diversas fontes de amidos não convencionais têm sido estudadas objetivando a utilização na produção de alimentos podendo substituir os amidos tradicionais modificados quimicamente (COPELAND et al., 2009; MATSUGUMA et al., 2009).

A modificação por meio da extrusão, processo físico, vem ganhando destaque por ser uma tecnologia limpa e barata, garantindo grande variedade de produtos processados. A tecnologia de extrusão, quando comparada às demais metodologias de modificação de amidos, apresenta benefícios como versatilidade, baixo custo, produtividade e qualidade elevadas, além de permitir a transformação da matéria prima em alimentos industrializados prontos para o consumo e o enriquecimento com vitaminas e minerais (SOUZA; LEONEL, 2010; SILVA et al., 2011).

A extrusão é um processo de cozimento contínuo que ocorre em etapas combinando força de cisalhamento, alta pressão e temperatura em curto período de tempo, sendo um dos vários processos usados para produzir amidos pré-gelatinizados empregados na indústria alimentícia (BERK, 2009; CARVALHO et al., 2010; VARGAS-SOLÓRZANO et al., 2014).

Raízes tuberosas como batata-doce, mandioca e mandioquinha-salsa apresentam elevado teor de amido (COSTA, 2004), os quais podem ser utilizados na forma nativa ou modificada por extrusão.

Os amidos quando submetidos ao processo de extrusão sofrem desorganização de ordem molecular, perda de cristalinidade e ruptura das ligações de hidrogênio, causando esterilização, secagem e reestruturação da matéria prima em função da combinação das variáveis do processo, originando novos produtos com características diferenciadas (FIORDA et al., 2015).

Diante do mercado crescente de aplicações de amidos pelas indústrias alimentícias, do potencial ainda pouco explorado de amidos de tuberosas, bem como, da ampliação da aplicabilidade de amidos pela modificação por extrusão, objetivando neste trabalho analisar amidos nativos de batata-doce, mandioca e mandioquinha-salsa quanto às suas características morfológicas, de cristalinidade, composição físico-química, propriedades de pasta e térmicas, bem como, verificar o efeito da modificação em extrusor mono rosca sobre estas características. Diante da importância da interferência das variáveis do processo de extrusão sobre as características do produto extrusado e visando a transferência do conhecimento para o setor alimentício, foram também realizados ensaios de extrusão onde se objetivou determinar as condições de processo para a obtenção de amidos pré-gelatinizados de mandioca e batata-doce.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Culturas amiláceas

O clima diversificado do Brasil proporciona uma agricultura variada nas diversas regiões do país. As culturas amiláceas estão presentes em diversas localidades e exercem grande influência na alimentação de populações tradicionais, além de apresentar importante papel na expressão cultural dessas regiões (PEDROSA, 2011). As fontes de amido mais utilizadas mundialmente são, em grande parte, os cereais como o milho e trigo, e as de raízes e tubérculos, como mandioca e batata (FRANCO et al., 2002), existindo uma necessidade em demanda, tanto de implantação quanto de informações, sobre novas fontes amiláceas, como batata-doce e mandioquinha-salsa por exemplo, com potencialidades para suprir a carência do mercado consumidor deste segmento.

2.1.1 Características intrínsecas das raízes de mandioca, batata-doce e mandioquinha-salsa

A mandioca (*Manihot esculenta* Crantz) é uma planta perene, arbustiva, pertencente à família das Euforbiáceas. Originalmente do continente americano, a mandioca provavelmente já era cultivada pelos índios antes da descoberta do Brasil (OLSEN; SCHAAL, 1999; FILHO; BAHIA, 2015). Sua cultura, importante em nível mundial, apresenta ótima adaptabilidade a diversos ambientes, rusticidade e baixa exigência de fertilidade do solo (FERREIRA et al., 2008; NASSAR; HASHIMTO; FERNANDES, 2008; PESTANA; CASTRO, 2015). Cultivada praticamente em todas as regiões de clima tropical do mundo (HOWELER, 2002), após o milho e o arroz, a mandioca é a terceira fonte calórica para a alimentação humana (FAO, 2008), sendo componente básico na alimentação de aproximadamente 1 bilhão de pessoas espalhadas em 105 países, principalmente naqueles em desenvolvimento (SOUZA; AGUIAR; LÔBO, 2011).

A raiz é composta basicamente de água e carboidrato, sendo utilizada como principal fonte de energia nos trópicos, entretanto, apresenta composição química bem diversificada, frente às variações que ocorrem entre variedades, idade da planta e condições de manejo adotado (Tabela 1). De acordo com Aguiar et al. (2011) em muitos países da América Latina, África e da Ásia, a mandioca é cultivada

não apenas para subsistência, mas também com o intuito industrial (FAO, 2011), além de ser utilizada na alimentação animal (PESTANA; CASTRO, 2015).

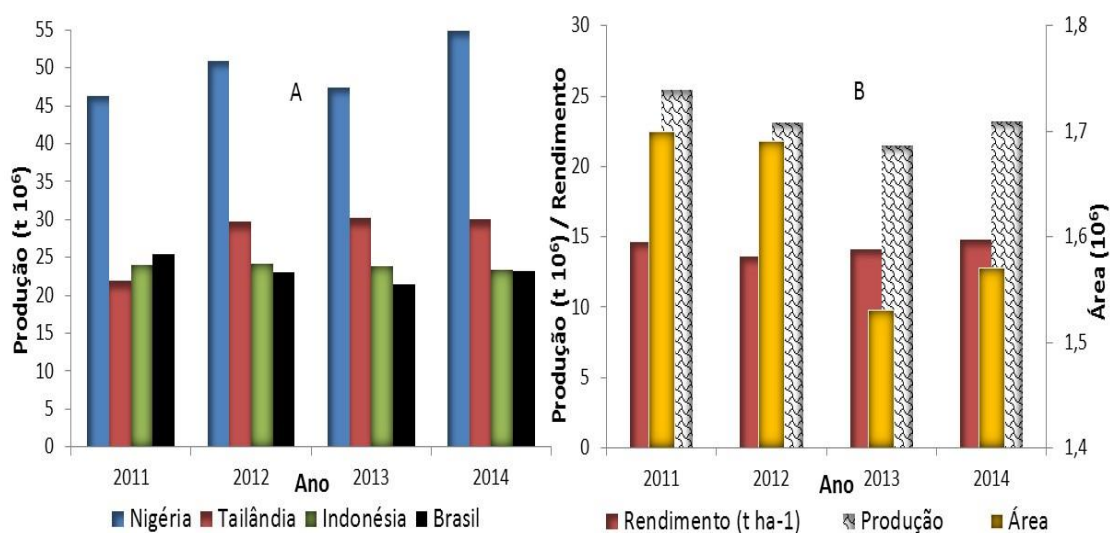
Tabela 1 - Composição físico-química das raízes de mandioca

Componentes	g 100g ⁻¹		
	*	**	***
Amido	82,5	nd	86,06
Açúcar	0,20	nd	0,13
Fibras	2,70	nd	0,39
Proteínas	2,60	0,18	0,44
Matéria graxa	0,30	0,12	0,11
Resíduo mineral	2,40	0,19	0,07

Fonte: *CEREDA; VILPOUX (2003); **ROCHA; CARNEIRO; FRANCO (2010); ***FERRARI; LEONEL; MISCHAN (2014); nd – não determinado pelos autores.

No cenário mundial, a Nigéria aparece como maior produtor de mandioca, seguido pela Tailândia, Indonésia e Brasil (Figura 1a) (FAO, 2015). Segundo dados da FAOSTAT (2015), a produção nacional em 2014 foi estimada em 23,2 milhões de toneladas, com rendimento médio de 14,8 t ha⁻¹ em uma área de aproximadamente 1,6 milhões ha. Já no ano agrícola de 2011 a produção foi de 25,4 milhões de toneladas, com rendimento médio de 14,6 t ha⁻¹, sendo a área cultivada de aproximadamente 1,7 milhões de hectares (Figura 1b).

Figura 1 - Cenário mundial (a) e mercado brasileiro da mandioca (b) nos últimos anos



Fonte: FAOSTAT (2015)

Na maioria dos países onde a mandioca é cultivada, os agricultores selecionam variedades bem adaptadas às condições locais. Segundo Jamarillo et al. (2005) e Lebot (2009), as variedades selecionadas em outras localidades apresentam desempenho inferior às localmente escolhidas, sofrendo fortemente com as interações genótipo-ambiente, apresentando diminuição da produtividade.

A mandioca apresenta grande variabilidade genética, no Brasil estão catalogadas mais de 4 mil variedades, o que favorece o cultivo de diferentes variedades de acordo com a região e seus parâmetros ecológicos (AMARAL; JAIGOBIND; JAISINGH, 2007), fazendo do Brasil o principal centro de diversidade do gênero com aproximadamente 80 variedades, enquanto o México e Bolívia apresentam 17 e 6 variedades, respectivamente (NASSAR; HASHIMOTO; FERNANDES, 2008).

As variedades de mandioca são divididas em duas classes: a amarga ou brava (tóxica), de utilização basicamente industrial e a doce ou mansa (atóxica) de uso culinário (WESTBY, 2002). A mandioca de mesa, mansa ou doce é assim denominada pelo baixo teor de compostos cianogênicos (VALLE et al., 2004). Já as plantas classificadas como mandioca 'brava' têm nas raízes elevados níveis de glicosídeos cianogênicos, os quais produzem ácido cianídrico (HCN), liberando o íon cianeto, que é altamente tóxico (MEZETTE et al., 2009).

Porém, ambas as classes de mandioca podem ser utilizadas para processamento industrial (PINTO, 2008). A mandioca classificada para indústria tem uma variedade de usos, dos quais a farinha e o amido são os mais importantes (TIRONI et al., 2015). O amido é amplamente utilizado nas indústrias alimentícias, têxteis, papelaria, metalúrgicas, dentre outras, além de poder ser utilizado como matéria-prima para a obtenção de combustível alternativo e plásticos biodegradáveis (SRIRIOTH; LAMCHAIYAPHUM; PIAYCHOMKWAN, 2007).

A batata-doce (*Ipomoea batatas* Lam) é a raiz de uma planta rasteira, pertencente à família botânica das Convolvuláceas. Sua origem não é bem conhecida, mas a hipótese americana é normalmente aceita (SILVA et al., 2015), sendo as Américas Central e do Sul os centros de diversificação, abrangendo a Península de Yucatan no México até a Colômbia. É uma planta que se adapta a diferentes condições climáticas, sendo cultivada em diversas regiões do globo.

Embora perene, é considerada uma cultura anual de fácil manutenção (VEASEY et al., 2008). Um importante aspecto com relação ao manejo agrônomico desta

cultura é a rusticidade e a tolerância ao ataque de pragas. A espécie, assim como as demais culturas amiláceas, apresenta reservas nutritivas armazenadas em suas raízes, sendo utilizada como alimento principalmente em países em desenvolvimento e com imenso potencial industrial (MONTES et al. 2006; MUKHOPADHYAY et al., 2011). Mundialmente, a batata-doce é o sexto alimento mais importante para a alimentação depois do arroz, trigo, batata, milho e mandioca, com produção média global anual superior a 105 milhões de toneladas (INTERNATIONAL POTATO CENTER, 2016).

No Brasil, a cultura participa para o suprimento de calorias e minerais na alimentação humana (Tabela 2). No Nordeste brasileiro, a alimentação de muitas famílias, principalmente a primeira refeição diária, tem como base a batata-doce, seja na forma cozida, assada ou frita. Entretanto, não há o hábito de consumo de batata-doce nas demais regiões do país (FELTRAN; FABRI, 2010; OLIVEIRA et al. 2013).

Tabela 2 - Composição físico-química da batata-doce *in natura* em 100 g⁻¹ de raiz

Componentes	Raiz
Água	72,8 g
Carboidratos	26,1 g
Calorias	125,5 kcal
Fibra	1,10 g
Proteína	1,5 g
Potássio	295 mg
Cálcio	43 mg
Sódio	43 mg
Magnésio	10 mg
Manganês	0,35 mg
Zinco	0,28 mg
Cobre	0,20 mg
Ferro	2,40 mg
Fósforo	39 mg
Vitamina A – retinol	300 µg
Vitamina B – tiamina	96 µg
Vitamina B2 – riboflavina	55 µg
Vitamina C – ácido ascórbico	30 mg
Vitamina B5 - niacina	0,50 mg

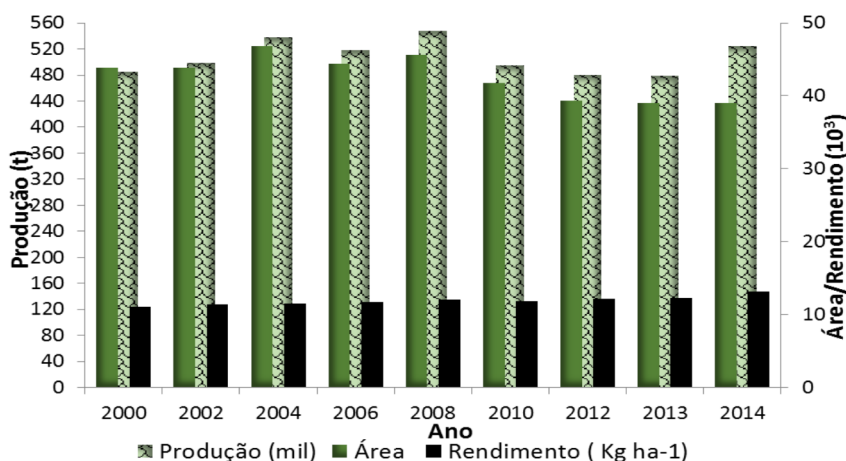
Fonte: LUENGO et al. (2000); WOOLFE (2003); EMBRAPA (2011).

O Brasil desde a década de 90 apresenta uma crescente produção agrícola de batata-doce, tornando-se o maior produtor latino-americano. Em 1998 o total de área

cultivada foi de 18 mil ha com produção média de 270 mil toneladas (CAMARGO FILHO; MAZZEI; ALVES, 2001); já em 2010, a área cultivada foi de 42 mil ha⁻¹ com uma produção média de 495 mil toneladas (IBGE, 2010). Por fim, no ano agrícola de 2014, o país apresentou área cultivada superior a 39 mil ha⁻¹ e produção média superior a 525 mil toneladas com rendimento médio de 13,2 mil kg ha⁻¹ (Figura 2) (FAOSTAT, 2015).

Entretanto, a produtividade nacional ainda está abaixo do potencial da cultura, que pode ser superior a 40 t ha⁻¹. Com a utilização de manejo adequado podem-se atingir facilmente níveis de 25 a 30 t ha⁻¹, em curto período de cultivo (ANDRADE JUNIOR et al., 2012). Dentre as hortaliças, a batata-doce ocupa o terceiro lugar em área cultivada, atrás da batata inglesa e da cebola, sendo a quarta hortaliça mais cultivada no país (IBGE, 2010). Sua importância econômica e social é resultante da rusticidade, adaptação climática e geração de energia em curto espaço de tempo (SILVA et al., 2015).

Figura 2 - Panorama agrícola da batata-doce ao longo dos anos no Brasil



Fonte: FAOSTAT (2015).

No Brasil, o investimento na cultura é reduzido e o principal argumento para isso é o fato da lucratividade ser baixa (EMBRAPA, 2015), fazendo com que os produtores tratem a batata-doce como cultura marginal. Segundo o Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento há catalogado 29 cultivares de batata-doce registradas no país (MAPA, 2015), sendo que, o cultivo de variedades locais e não melhoradas geneticamente é predominante o que, segundo Cardoso et al. (2005), é fator determinante para os baixos rendimentos agrícolas, juntamente com as

ocorrências de pragas e doenças e a falta de tecnologia adequada para a cultura (CAVALCANTE et al., 2009).

Contudo, para melhorar a produtividade, além do manejo correto de plantio, adubação e demais tratamentos culturais, faz-se necessário a adoção de cultivares mais produtivos. Sendo que, o desempenho de cultivares de batata-doce quanto aos caracteres relacionados com o rendimento de raiz pode variar conforme o ambiente, por serem de herança quantitativa e de forte influência ambiental (SILVA; PONIJALEKI; SUINAGA, 2012). Por fim, a variação genética e o elevado número de cultivares com características diversificadas fazem das raízes de batata-doce uma matéria prima muito versátil com elevado potencial de utilização no meio industrial (FABRI et al., 2008).

A mandioquinha-salsa (*Arracacha xanthorrhiza* Bancroft) é uma hortaliça originária da região Andina da América do Sul (Bolívia, Colômbia, Equador, Peru e Venezuela) sendo introduzida no Brasil por volta de 1907, por meio de mudas doadas à Sociedade de Agricultura do Brasil pelo general colombiano Rafael Uribe y Uribe (GONÇALVES, 2004; HERMINIO, 2005). Apesar de ser cultivada em quase todo território nacional, seu cultivo é marcante principalmente nas regiões Sul, Sudeste e Centro-Oeste do país (HEREDIA ZÁRATE et al., 2009; SEDIYAMA et al., 2009).

O Brasil é o maior produtor mundial de mandioquinha-salsa e cerca de 95 % do volume produzido é destinado ao mercado de raízes *in natura* (CARVALHO, 2008) e o restante absorvido pela indústria (PFB, 2015), sendo o Paraná, Minas Gerais e São Paulo, os principais produtores (HENZ; REIFSCHNEIDER, 2005; PÁDUA, 2010).

O estado do Paraná é pioneiro na exportação de mandioquinha-salsa para o Japão (SANTOS, 2000) e São Paulo é o maior centro de comercialização, influenciando na formação dos preços e no modo de comercialização das raízes (HENZ; REIFSCHNEIDER, 2004). Já o estado de Minas Gerais é o maior produtor com produtividade média de 10 t ha⁻¹ (PÁDUA, 2010), superando a média nacional (GRANATE et al., 2006). O cultivo no país é caracterizado por pequenas áreas, pouca utilização de insumos e quantidades expressivas de mão-de-obra, muitas vezes familiar, sendo, portanto, de grande importância social e econômica. (MADEIRA; SANTOS; SOUZA, 2002).

As raízes de mandiоquinha-salsa apresentam elevado valor nutricional, são ricas em minerais como cálcio, fósforo, potássio, ferro e magnésio, vitaminas hidrossolúveis do complexo B e C (niacina, retinol, ácido ascórbico, tiamina e riboflavina, importantes para o perfeito funcionamento do organismo e respostas imunológicas), carotenóides (responsáveis pela coloração da raiz) e carboidratos (SEDIYAMA et al., 2005; ROCHA; DEMIATE; FRANCO, 2008; PÁDUA, 2010; LOPES; CASTILHO; CLEMENTE, 2011; NUNES et al., 2016), sendo estes de elevada digestibilidade (Tabela 3) (NUNES et al., 2010; CARMO; LEONEL, 2012).

Tabela 3 - Composição físico-química da raiz *in natura* de mandiоquinha-salsa

Componentes g 100g ⁻¹	Raiz	
	*	**
Matéria Seca	26,5	30,0
Carboidratos	20,2	17,0
Cinzas	3,42	1,60
Proteína	1,03	0,70
Lipídios	0,56	0,60
Fibra	1,56	1,00

Fonte: *BORGES; PAULA; PIROZI (2013); **NUNES et al. (2016).

Há algumas décadas, conforme relatado por Condensan (2015), vêm sendo desenvolvidos projetos de valorização de culturas americanas e a mandiоquinha-salsa tem ganhado enfoque como matéria prima com alto potencial agroindustrial, apresentando grande importância alimentar podendo substituir quase que por completo a demanda por batata em algumas colônias, e por se adaptar a diversas condições climáticas tem despertado atenção das indústrias alimentícias.

2.2 Amido

O amido é o principal carboidrato de reserva para as plantas e uma considerável fonte de nutrição para os seres humanos e animais (HUANG et al., 2015), sendo fonte direta de glicose, essencial para os glóbulos vermelhos e células cerebrais, para a geração de energia metabólica (COPELAND et al., 2009; HUANG et al., 2016).

Em termos industriais, o amido é importante matéria prima para diversos segmentos (HUANG et al., 2015). De todo amido empregado nas indústrias, cerca de 60 % é utilizado pela indústria alimentícia para a fabricação de produtos de

panificação, molhos, sopas, doces, xaropes de açúcar, sorvetes, salgadinhos, produtos à base de carne, alimentos infantis, entre outros, 40 % em produtos farmacêuticos e de fins não alimentícios, como fertilizantes, revestimentos de sementes, papel, papelão, material de embalagem, adesivos, têxteis, tecidos, fraldas, bioplásticos, materiais de construção, cimento e para perfuração de petróleo (LEONEL, 2007; COPELAND et al., 2009).

Na indústria nacional e internacional o amido é utilizado como facilitador de processo, fornecedor de textura, espessante, ligante de água ou gordura, além de fornecer sólidos em suspensão ou proteger os alimentos durante o processamento (DEMIATE; PEDROSO, 2008). Uma característica desejável pela indústria alimentícia é a resistência do amido a ciclos de congelamento e descongelamento. De acordo com Silva et al. (2006) os amidos de mandioca e milho ceroso são mais resistentes a tais ciclos, sendo esta importante vantagem para sua aplicabilidade.

A aplicação do amido de mandioca não se restringe basicamente a indústria alimentícia ou a produção de ração animal, por exemplo, nesta última década a mandioca tem sido exaustivamente testada para a produção de biocombustíveis, sendo o etanol foco de investigação devido à reserva de combustível fóssil limitada (LU; DING; WU, 2011; WANI et al., 2012).

A batata-doce é reconhecida mundialmente pelo seu baixo índice glicêmico (IG<55) e vários pesquisadores tem explorado sua utilização na mistura de farinha e amido, para fabricação de massas (JYOTHI et al., 2011 e 2012; RENJUSHA; PADMAJA; SAJEEV, 2015). O amido é o principal componente das raízes de batata-doce, responsável por cerca de 50 a 80 % de seu peso seco (Zhu et al., 2010). Em muitos países asiáticos como China, Filipinas, Coreia e Tailândia, o macarrão produzido com amido de batata-doce é preferência nacional (THAO; NOOMHORM, 2011), principalmente devido a exigência do amido resistente (OVANDO-MARTINEZ et al., 2009; JYOTHI et al., 2012).

Atualmente é ampla a potencialidade do amido de batata-doce, sejam em indústrias alimentícias, fabricação de termoplásticos, ciências médicas e/ou substrato para a produção de ingredientes funcionais (ZHU; WANG, 2014).

O amido de mandioquinha-salsa apresenta algumas características peculiares que o tornam adequado para fabricação de sopas, alimentos infantis, purês, pães, bolos, diversos outros alimentos processados e em inúmeras possibilidades de aplicabilidade. De modo geral, o amido é de fácil cozimento, com baixa temperatura

de gelatinização, elevada viscosidade, baixa retrogradação e sinérese e apresenta ausência de fatores antinutricionais, contudo, suscetível ao atrito mecânico, contribuindo para sua elevada digestibilidade. Tais características possibilitam ao amido de mandioca-salsa sua utilização como substituto promissor aos amidos modificados quimicamente (ROCHA; DEMIATE; FRANCO, 2008; NUNES et al., 2010; ROCHA et al., 2011).

2.2.1 Características físico-químicas e bioquímicas do amido

Estruturalmente, o polímero é formado primordialmente por duas macromoléculas, uma essencialmente linear, com poucas ramificações (4 – 6 %) equidistantes, chamada de amilose e uma altamente ramificada chamada amilopectina. Contudo, outros componentes como lipídios, proteínas, açúcares e fibras também estão presentes e as quantidades irão depender da composição da planta e dos métodos de extração e purificação do amido (VAN DER BURGT et al., 2000; GARCIA et al., 2014).

As proporções em que amilose/amilopectina ocorrem diferem dentre as fontes botânicas, variedades e grau de maturação da planta (ELIASSON, 2004; TESTER; KARKALAS; QI, 2004; BELLO-PÉREZ; MONTEALVO; ACEVEDO, 2006), bem como, as características de massa molecular e estrutura fina (BERTOFT, 2013). Na Tabela 4 são apresentados teores de amilose para as fontes botânicas em estudo.

Tabela 4 - Percentual de amilose para as raízes avaliadas em diferentes genótipos

Fonte	Amilose % (m/m)
Mandioca ¹	18,1 - 25,97
Batata-doce ²	13,3 – 38,0
Mandioquinha-salsa ³	17,8 – 28,2

Fonte: ¹HOOVER (2001); CAVALINI; FRANCO (2010); CHANDANASREE; GUL; RIAR, (2016). ²HOOVER (2001); WOOLFE (2003); GONÇALVES et al. (2009); ABEGUNDE et al. (2013). ³LEONEL; SARMENTO (2008); ROCHA; DEMIATE; FRANCO, (2008); MATSUGMA et al. (2009); ROCHA et al. (2011); ALBANO; FRANCO; TELIS, (2014); LEONEL et al. (2016).

De acordo com Takizawa et al. (2004) e Huang et al. (2015) a funcionalidade do amido é influenciada pelo teor de amilose, comprimento das cadeias de amilopectina, tamanho e distribuição dos grânulos e teor de fósforo. Estudos demonstram que o teor de amilose e as características das partículas e microestrutura dos grânulos irão pré-determinar se o amido poderá ser utilizado

como agente estabilizante (MADRUGA et al., 2014), gelificante (DUTTA et al., 2011) e/ou espessante (RENGSUTTHI; CHAROENREIN, 2011), por exemplo, na indústria alimentícia.

Independentemente da fonte, o teor de amilose encontra-se nos intervalos entre 20 e 30 % em amidos normais, algumas variedades classificadas como ceroso “*waxy*” são constituídas basicamente por amilopectina, enquanto amidos com teor de amilose acima de 50 % (p.e. milho) são denominados como *high amilose* (WEBER; COLLARES-QUEIROZ; CHANG, 2009). Esses amidos, *high amilose*, são indicados como agentes espessantes e gelificantes fortes, sendo utilizados em *nuggets*, conferindo crocância e prevenindo a penetração excessiva de óleo durante a fritura (WEBER; COLLARES-QUEIROZ; CHANG, 2009). Contudo, segundo Buresová et al. (2010) são mais susceptíveis à retrogradação, sendo altamente explorados na produção de plásticos biodegradáveis.

A exata localização da amilose no grânulo ainda é incerta, contudo, existem três possibilidades: 1) região amorfa do anel; 2) lamela amorfa ou 3) intercalada ou co-cristalizada com moléculas de amilopectina (HOOVER; HADZIYEV, 1981; HIZUKURI, 1993; ATKINS et al. 1999). De acordo com Jane (2006) a amilose encontra-se nas regiões periféricas do grânulo, estando fortemente associadas com as moléculas de amilopectina. Entretanto para Copeland et al. (2009), a amilose está localizada nas regiões de menor densidade do grânulo, podendo ou não se localizar entre as moléculas de amilopectina.

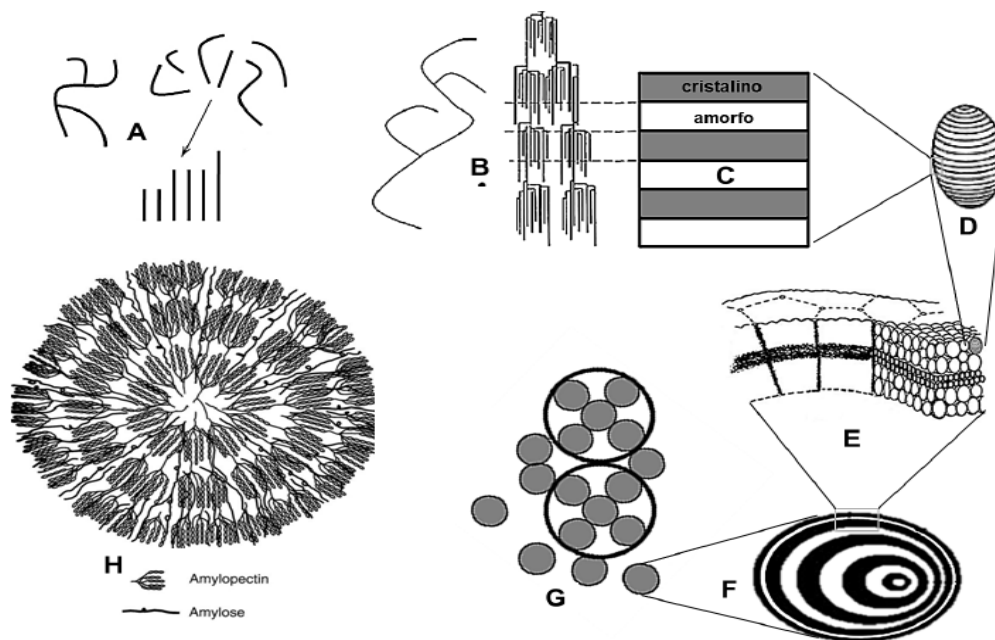
Segundo Wang e Copeland (2012a) as cadeias de amilose tem um papel importante na estabilidade do grânulo de amido, para os autores a posição radial em que as cadeias de amilose aparecem dispersas no grânulo, conferem maior estabilidade às moléculas de amilopectina atuando como ‘estruturas de reforço’, corroborando com Chaléat; Halley e Truss (2014) e Dehabadi e Wilson (2014).

A amilopectina é o composto majoritário no amido com elevada massa molecular sendo da ordem 10^7 a 10^9 . Na indústria de alimentos, melhora a homogeneidade, estabilidade e a textura do amido gelatinizado, além de aderir resistência a ciclos de congelamento (MASSAUX et al., 2008). Genótipos com elevado teor de amilopectina tem conquistado mercado em indústrias papeleiras e têxteis, desenvolvimento de tintas, adesivos e na engenharia civil (BURESOVÁ et al. 2010).

Atualmente aceita-se que as cadeias curtas laterais da amilopectina formam duplas hélices empacotadas lateralmente em aglomerados chamados *clusters*, que

apresentam estruturas altamente compactas originando regiões cristalinas. Essas regiões cristalinas alternam com regiões menos ramificadas e compactas, regiões amorfas e, tais estruturas estariam situadas dentro de uma estrutura maior denominada de bloquete, que dependendo da fonte botânica e a localização no grânulo, variam entre 20 a 500 nm, apresentando importante papel na maior ou menor resistência dos amidos à ação enzimática. (Figura 3) (BELLO-PÉREZ et al., 2006; KOZLOV et al., 2007a; PEREZ; BALDWIN; GALLANT, 2009).

Figura 3 - Estrutura do grânulo de amido. a) Amilose e amilopectina; b) 'Cluster'; c) Regiões amorfas e cristalinas; d) Bloquetes; e) Distribuição dos bloquetes em camadas cristalinas e semicristalinas; f) Grânulo de amido formado em camadas concêntricas alternadas; g) célula do vegetal contendo o amido junto com proteína e lipídio; h) Grânulo do amido



Fonte: PEREZ; BALDWIN; GALLANT (2009).

Assim, de acordo com Perez, Baldwin e Gallant, (2009) a amilopectina estaria localizada no grânulo em regiões cristalinas e semicristalinas e, nesta última, os bloquetes seriam menores e a cristalinidade da amilopectina seria reduzida, principalmente, devido ao seu maior envolvimento com a amilose. Devido a elevada organização molecular e a junção ordenada e específica das lamelas amorfas e cristalinas com distância regular entre 9 a 10 nm, as regiões semicristalinas formadas apresentarão diferentes índices de refração da luz (birrefringência) que podem ser observadas sob luz polarizada (PÉREZ; BERTOFT, 2010).

Comumente, para o amido de mandioca, conforme verificado por Laohaphatanaleart et al. (2010) e Bertoft et al. (2010), o grau de polimerização (DP), o tamanho das cadeias internas (ICL), número de cadeias por *clusters* (NC) e a quantidade de cadeias no aglomerado são de 58 a 78, 4,4 a 4,8 resíduos de glicose, 8,2 a 11,1 e 58,2 a 61,0 % respectivamente, e a distância entre cada bloquete dentro do *cluster* é de 6 a 8 resíduos de glicose com 7 a 9 bloquetes em um total de cinco frações em cada *cluster*.

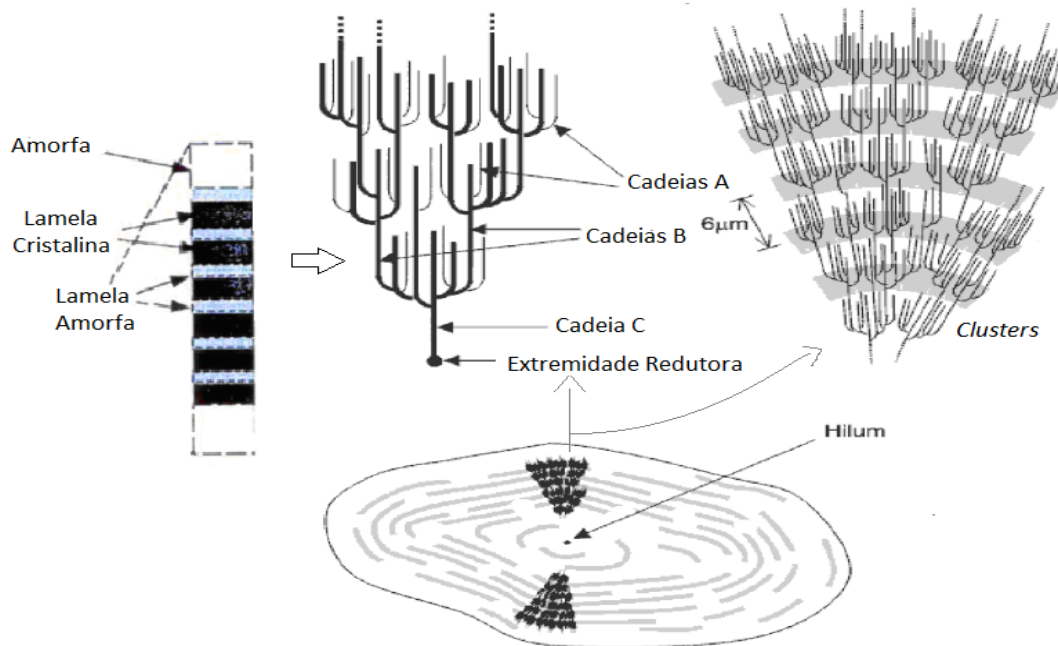
Avaliando amostras de amido de batata-doce provenientes de mercado popular chinês, Huang et al. (2015) verificaram distribuição de cadeias laterais da amilopectina em 21,49 %, 67,30 % e 11,21 % para DP ≤ 13 , $13 \leq 30$ e > 30 respectivamente, concordando com os dados obtidos por Ambigaipalan et al. (2014) e Huang et al. (2016) para diferentes genótipos.

Analisando a distribuição das cadeias laterais da amilopectina para certa variedade de amido de mandioquinha-salsa, Pepe (2011), verificou cadeias formadas por 6-12, 13-24, 25-36 e ≥ 37 unidades de resíduo de glicose (grau de polimerização - DP), sendo observado a presença de cadeias com DP < 10 entre as DPs 17 e 21, que de acordo com o autor, desestabiliza a estrutura lamelar. Para o mesmo, DPs < 10 são incapazes de formar duplas hélices, acarretando defeito na estrutura do amido, concordando com Genkina et al. (2007) e Rocha, Demiate e Franco (2008).

Em nível molecular acredita-se que as cadeias externas da amilopectina interagem umas com as outras e com moléculas de água formando duplas hélices que serão posteriormente cristalizadas. As hélices, segundo Atichokudomchai; Varavinit e Chinachoti (2004) podem empacotar-se em ligações curtas dando origem a helicoides duplos e/ou empacotam-se por meio de ligações longas relacionando-se com a ordem cristalina do grânulo. Os cristais formados são dispostos em duas formas básicas de polimorfismo tipo -A e tipo -B, a mistura destes originará um terceiro classificado por tipo -C (PÉREZ; BERTOFT, 2010).

O polimorfismo do tipo A, é formado por uma unidade não redutora de glicose, unida por ligações $\alpha - (1,4)$ sem ramificações e o tipo B é formado por ligações em $\alpha - (1,4)$ e $\alpha - (1,6)$, contendo várias cadeias do tipo A. O polimorfismo do tipo C é único em uma molécula, sendo composto por ligações $\alpha - (1,4)$ e $\alpha - (1,6)$, com um grupo terminal redutor (VANDEPUTTE; DELCOURT, 2004; LAJOLO; MENEZES, 2006), apresentando porção dominante de outro polimorfo (Figura 4).

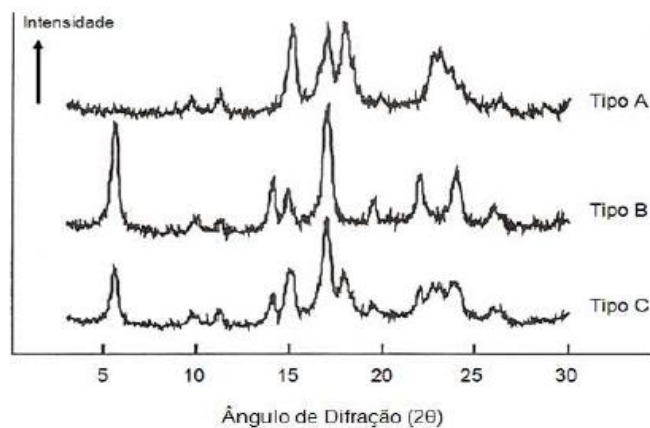
Figura 4 - Perfil estrutural do grânulo de amido 'modelo de cluster'



Fonte: Adaptado de BLAZEK; GILBERT (2011).

Contudo, segundo Sajilata; Shingal e Kulkarni (2006), os padrões cristalinos são influenciados pelo comprimento das cadeias laterais da amilopectina, da densidade de empacotamento e da presença de água no interior do grânulo. A classificação polimórfica, em função do perfil verificado em análise de raio-X, foi descrita em 1964 e aceita até hoje (Figura 5).

Figura 5 - Ângulos de difração dos polimorfismos Tipo A-, B- e C-



Fonte: BERTOLINI (2000).

- Polimorfismo Tipo A – apresentam picos de intensidade nos ângulos de difração 2θ em $15,3^\circ$; $17,1^\circ$; $18,2^\circ$ e $23,5^\circ$.

- Polimorfismo Tipo B – apresentam picos de intensidade nos ângulos de difração 2Θ em $5,6^\circ$; $14,4^\circ$; $17,2^\circ$; $22,2^\circ$ e 24° .
- Polimorfismo Tipo C – apresentam picos de intensidade nos ângulos de difração 2Θ em $5,6^\circ$; $15,3^\circ$; $17,3^\circ$ e $23,5^\circ$.

Em geral, Bauer e Knorr (2005) verificaram por meio da análise de difração de raio-X que amidos de cereais apresentam padrão –A, tubérculos e raízes, padrão Tipo –B e o padrão Tipo –C fica a cargo dos amidos de leguminosas.

De acordo com Mweta et al. (2010) e Li et al. (2011) amidos com perfil polimórfico ‘B’ apresentam elevado grau de polimerização, são resistentes a pressões e a gelatinização ocorre entre 800 e 1000 MPa. Já o padrão Tipo -A sofre gelatinização quando submetido a pressão de 450 MPa ao máximo e o Tipo –C entre 550 e 600 MPa. Na Tabela 5 é demonstrado características morfológicas de algumas fontes botânicas.

Tabela 5 - Características morfológicas de amidos de raízes tuberosas

Fonte	Polimorfismo	Cristalinidade (%)	Grânulo (μm)	Forma
Mandioca ¹	A / C _a	7,1 – 49	5 - 40	Consideravelmente irregular (oval, redondo, côncavo convexo e truncado)
Batata-doce ²	A / C _a	27,8 - 37,9	0,8 – 44,7	Poligonais, ovais e redondos
Mandioquinha-salsa ³	B	19,7 – 37,1	7 - 38	Poliédrico, circular e truncado

Fonte: ¹ASAOKA; BLANSHARD, RICHARD, (1993); DEFLOOR; DEHING; DELCOUR, (1998); DAIUTO; CEREDA, (2006); MISHRA; RAI, (2006); LEONEL (2007); PÉREZ; BERTOFT, (2010); GOMAND et al. (2010); ROLLAND-SABATE et al. (2012) e (2013); SAENGCHAN et al. (2015). ²HOOVER, (2001); LEONEL, (2007); GONÇALVES et al. (2009); THAO; NOOMHORM, (2011); ABEGUNDE et al. (2013); BERTOFT, (2013); ZHU; WANG (2014); HUANG et al. (2015) e (2016). ³LEONEL; SARMENTO, (2008); ROCHA; DEMIATE; FRANCO, (2008); MATSUGMA et al. (2009); JYOTHI; SAJEEV; SREEKUMAR, (2010); ROCHA et al. (2011); PEPE, (2011).

As variabilidades estruturais dos grânulos refletem em diferentes propriedades funcionais, e estas variabilidades, exceto o padrão de difração, estão intimamente relacionadas às influências do genótipo, condições sazonais e ao manejo agrônômico adotado (WANG; COPELAND, 2013b). Apesar das mais variadas características e propriedades tecnológicas, por muitas das vezes, os amidos não apresentam os atributos desejados pelas indústrias e, portanto, necessitam ser

modificados por meio de métodos químicos, físicos ou enzimáticos para alterar ou melhorar sua funcionalidade, de modo a satisfazer as necessidades dos segmentos industriais.

2.2.2 Propriedades de pasta e térmicas dos amidos

Atualmente os mais variados segmentos industriais apresentam múltiplas operações unitárias na planta, podendo ocorrer mudanças na forma e no fluxo da matéria prima. O conhecimento do comportamento do amido frente às condições de processamento é importante para caracterização e compreensão de sua funcionalidade, bem como, melhor aproveitamento da aplicabilidade (COUTINHO; CABELLO, 2005).

Na indústria alimentícia, por exemplo, diversos produtos à base de amido, como molhos para saladas, conservas, sobremesas, pratos prontos, dentre outros, passam por alguma etapa de bombeamento, esterilização, congelamento e acidificação e os amidos devem conservar suas características intactas como textura, não liberar água, não alterar cor, preservar aromas, resistir a variações de pH e esterilização (KUHN; SCHLAUCH, 1994; MARQUES et al., 2006).

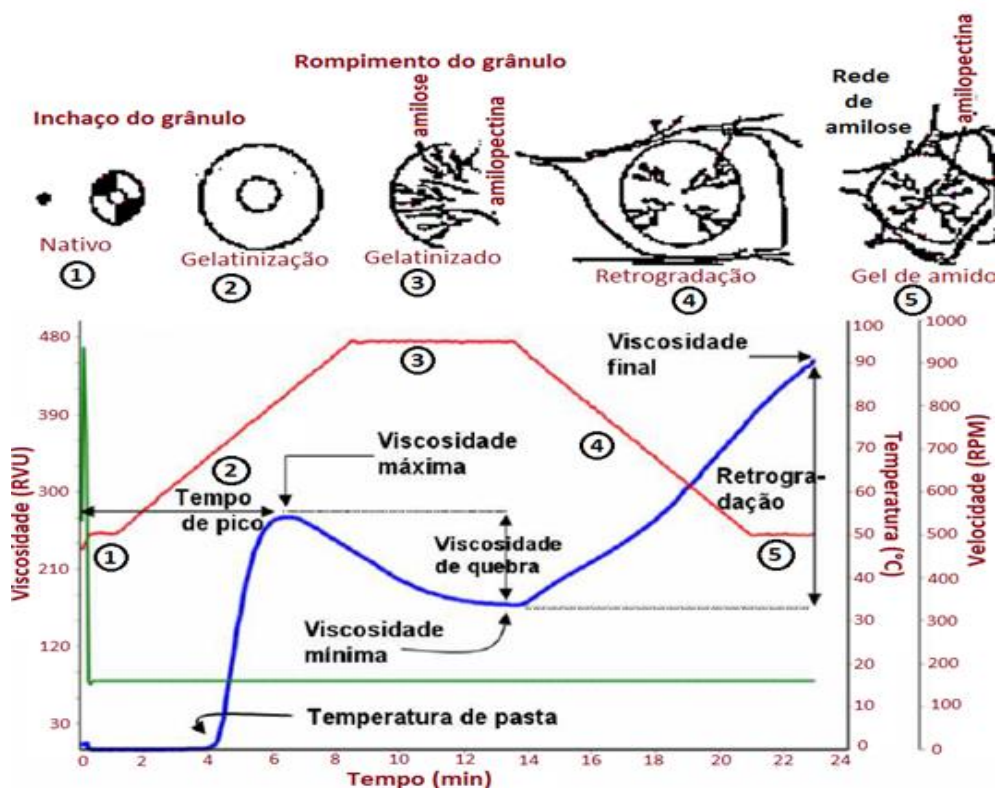
A amplitude funcional do amido pode variar em função da estrutura granular, ramificações, flexibilidade, massa molecular, carga iônica e composição físico-química. De modo geral, muitas mudanças ocorrem nos amidos quando os mesmos são colocados em água e aquecidos acima da temperatura de gelatinização (ABRAHAM; SIMI, 2008; ZHU et al., 2011; SYAHARIZA et al., 2013; YOU et al., 2014), sendo este, importante fator que contribui para a aplicabilidade e muito explorado na indústria alimentícia, por exemplo (RATNAYAKE; JACKSON, 2007).

2.2.2.1 Propriedades de pasta

Quando os grânulos de amido são aquecidos em excesso de água ocorrem mudanças estruturais que produzem uma pasta viscosa, fenômeno conhecido como gelatinização. O processo de gelatinização, segundo Singh et al. (2003), inicia-se no hilo e expande-se para as regiões amorfas onde as ligações de hidrogênio são primeiramente enfraquecidas com a hidratação.

Durante a gelatinização a estrutura molecular é rompida, provocando mudanças irreversíveis ao grânulo, tais como, aumento de tamanho granular, fusão de cristais, perda da birrefringência, solubilização do amido, aumento de viscosidade, lixiviação da amilose e desorganização da estrutura da amilopectina (Figura 6) (SINGH et al., 2003; BENINCA, 2008).

Figura 6 - Influência da temperatura no processo de gelatinização



Fonte: Adaptado de BORNET (1992).

Estudos têm demonstrado que as relações entre o teor de amilose/amilopectina e as propriedades de pasta são complexas e variam consideravelmente entre os amidos das mais variadas fontes. Industrialmente tem-se manipulado geneticamente o teor de amilose para a obtenção de amidos com diferentes propriedades de pasta e outras características relevantes (BLAZEK; COPELAND, 2008).

Quando suspensões de amido são submetidas à Análise de Viscosidade Rápida (RVA), percebe-se um aumento da viscosidade na fase inicial de aquecimento, momento que os grânulos iniciam o inchaço e as moléculas de amilose são lixiviadas. Posteriormente, um pico de viscosidade é obtido, momento em que a maioria dos grânulos encontram-se totalmente inchados. Durante a fase de

temperatura constante (95 °C) os grânulos começam a se quebrar e a solubilização dos polímeros continua, neste ponto ocorre uma quebra na viscosidade. Durante a fase de resfriamento, polímeros de amilose e amilopectina solubilizados começam a se reassociar formando novamente uma estrutura semicristalina (retrogradação), liberando água e danificando o gel formado (LAWAL, 2005; FERNÁNDEZ-MUÑOZ et al., 2011; ZHU, 2015).

Na indústria alimentícia, por exemplo, a retrogradação interfere diretamente na textura, aceitabilidade e digestibilidade dos alimentos. Com isso, pode-se destacar a influência da retrogradação no envelhecimento dos produtos de panificação, bem como, perda de água em algumas sobremesas (THARANATHAN, 2002; ELIASSON, 2004; DENARDIM; SILVA, 2009), sendo desejada, matéria-prima com baixa tendência a retrogradação para elaboração de alimentos industrializados. A seguir, demonstra-se o perfil de viscosidade de algumas raízes tuberosas em variedades diversificadas (Tabela 6).

Tabela 6 - Perfil viscoamilográfico em genótipos de raízes tuberosas

Fonte	Viscosidade (RVU)			
	Máxima	Quebra	Final	Tendência a Retrogradação
Mandioca ¹	12,1 - 890	249 - 491	172 - 168	9,8 - 400
Batata-doce ²	117 - 2090	24 - 523	83 - 2073	73 - 506
Mandioquinha-salsa ³	400 - 783	100 - 617	80 - 248	40 - 180

Fonte: ¹ASAOKA; BLANSHARD, RICHARD, (1993); ONITILO et al. 2007a; CEBALLOS et al. (2007); HENRIQUE; CEREDA; SARMENTO, 2008; IKEGWU et al. (2009); ZHU, 2015; CHARLES et al., 2016. ²PERONI; ROCHA; FRANCO, (2006); GONÇALVES et al. (2009); ABEGUNDE et al. (2013); HUANG et al. (2015) e (2016); CHARLES et al. (2016); LAI et al. (2016). ³ROCHA; DEMIATE; FRANCO, (2008); LEONEL; SARMENTO, (2008); MORAES; ALVES; FRANCO, (2013); LEONEL et a. (2016).

Dentre os vários fatores que influenciam a retrogradação, Sandhu, Singh e Lim (2007) citam que o teor e o tamanho das moléculas de amilose, assim como, o estado de dispersão das cadeias lineares, são os mais importantes fatores que contribuem para o processo. Dessa forma, quanto maior a cadeia de amilose menor é a tendência em retrogradar, sendo que, cadeias muito longas apresentam dificuldade em associar-se.

Quanto ao comportamento desenvolvido pelas pastas de amidos há vários fatores que influenciam, a distribuição e tamanho do comprimento das cadeias ramificadas da amilopectina (DP > 35), produzem efeito sinérgico nas propriedades

de pasta, tipo de polimorfismo, teores de amilose, quanto menor o teor de amilose mais flexível é o gel formado, e por fim, o fósforo (JANE; CHEN, 1992; SINGH et al., 2003; CHARLES et al., 2005; CEBALLOS et al., 2007).

2.2.2.2 Propriedades térmicas

Para melhor entendimento das particularidades de cada amido é necessário ter conhecimento da influência da temperatura e seus efeitos sobre o grânulo nas diferentes etapas de processamento (LAGARRIGUE; ALVAREZ, 2001). Neste sentido, a técnica de varredura térmica (DSC - Calorimetria Diferencial de Varredura) fornece informações quanto ao fluxo de calor associado à gelatinização do amido (RATNAYAKE; JACKSON, 2007).

Independentemente da fonte botânica, cada amido apresenta uma característica única de gelatinização (Tabela 7), T_0 , T_p e T_f (temperatura inicial (*onset*), de pico (*peak*) e final (*end*), respectivamente), além da quantidade específica de energia necessária para romper as ligações de hidrogênio nas duplas hélices (entalpia de gelatinização (ΔH)), convertendo a estrutura semicristalina do amido em estrutura amorfa. Contudo, segundo Blennow et al. (2000) e Yu; Christie, (2005) até que temperaturas mais altas e cisalhamento sejam aplicados a estrutura granular pode-se manter intacta.

Tabela 7 - Perfil endotérmico em amido de algumas raízes tuberosas

Fonte botânica	T_0 (°C)	T_p (°C)	ΔH J g ⁻¹
Mandioca ¹	54,0 - 70,0	63,3 - 71,2	2,7 - 14,4
Batata-doce ²	62,5 - 75,9	66,8 - 78,1	6,4 - 23,0
Mandioquinha-salsa ³	53,4 - 59,9	58,2 - 63,5	4,4 - 16,8

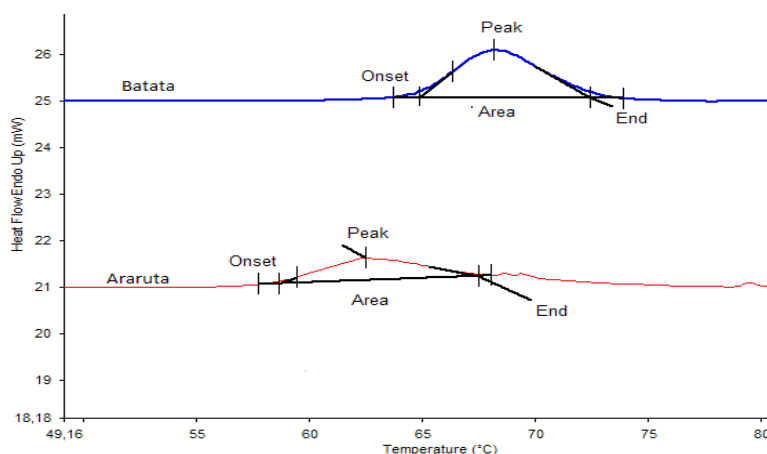
Fonte: ¹MOORTHY; WENHAM; BLANSHARD, (1996); NWOKOCHA et al. (2009); ROLLAND-SABATE et al. (2013); MEI et al., 2015; CHARLES et al., 2016. ²PERONI; ROCHA; FRANCO, (2006); WARAMBOI et al. (2011); ABEGUNDE et al. (2013); HUANG et al. (2015) e (2016). ³ROCHA; DEMIATE; FRANCO, (2008); MATSUGMA et al. (2009); ROCHA et al. (2011); CAMPANHA; FRANCO, (2011); OLIVEIRA et al. (2015); LEONEL et al. (2016).

As variações de entalpia observadas em diferentes tipos de amido podem ser atribuídas a diferenças no grau de cristalinidade e ao teor de amilose. Amidos com baixo teor de amilose possuem menos regiões amorfas e mais regiões cristalinas, precisando de maior energia para fusão dos cristais (SINGH et al., 2003; WEBER; COLLARES-QUEIROZ; CHANG, 2009), enquanto amidos com elevado teor de

amilose possuem suas duplas hélices formadas basicamente pela amilose e estas necessitam de menor temperatura e energia para perder sua orientação estrutural (COTTRELL et al. 1995).

De certa forma a cristalinidade do amido pode ser estimada pela variação da entalpia (ΔH) e as temperaturas de gelatinização (inicial/pico) podem ser usadas como medida da estabilidade ou perfeição das regiões cristalinas, bem como, a largura do pico endotérmico como estimativa da heterogeneidade cristalina (Figura 7) (BLENNOW et al., 2000).

Figura 7 - Perfil característico de gelatinização do amido obtido por análise térmica



Fonte: PRÓPRIA.

Segundo Cottrell et al. (1995), as regiões cristalinas estão intimamente ligadas às regiões amorfas, com a hidratação seguida pelo inchamento e movimentação da água entre as regiões amorfas, ocorre uma tensão nas regiões cristalinas, a qual faz as cadeias fundir-se a menores temperaturas do que teriam se fossem isoladas das regiões amorfas.

Analisando as entalpias dos amidos retrogradados percebe-se que estas são usualmente 60 a 80 % menores que as entalpias de gelatinização e as temperaturas de transição na retrogradação são 10 a 26 °C menores que as atingidas no processo de gelatinização (YUAN; THOMPSON; BOYER, 1993). De acordo com Srichuwong et al. (2005), a redução deve-se ao alinhamento impróprio das cadeias de amilopectina, causando formação de estruturas cristalinas menos organizadas e menos estáveis após a retrogradação.

Contudo, segundo Madsen; Christensen (1996) há décadas estudos vêm apontando que as propriedades térmicas dos amidos estão estritamente relacionadas com o tamanho e distribuição dos grânulos.

2.3 Tecnologia de extrusão

Historicamente, o primeiro equipamento de extrusão surgiu em 1935, desenvolvido pelo alemão Paul Troester. Nesta época os equipamentos eram utilizados basicamente na produção da borracha e utilizavam o vapor como fonte de aquecimento, alguns anos mais tarde, as primeiras máquinas aquecidas via efeito elétrico começaram a aparecer. Em contrapartida, Roberto Colombo proporcionava melhorias à técnica, desenvolvendo a extrusora com rosca dupla. Em seus primórdios, todos os equipamentos eram alimentados com a matéria prima já fundida, mas a partir da década de 50 começaram a aparecer estudos demonstrando o transporte e plastificação de materiais sólidos (OTTERBACH, 2011).

Em geral, normalmente o polímero sólido, em grãos, flocos e/ou pó, previamente colocado na máquina é aquecido, plastificado e pressionado por parafuso para dentro do canal de uma matriz, cuja parte frontal possui uma abertura no formato da seção transversal do produto desejado (OTTERBACH, 2011).

Nas últimas décadas, a tecnologia de extrusão vem sendo amplamente utilizada pelas indústrias alimentícias, pois muitas são as vantagens associadas ao processo, versatilidade, produção contínua, baixo custo de mão de obra e investimento, elevada qualidade dos produtos processados e melhores qualidades funcionais, sensoriais e nutricionais.

De acordo com Leonel et al. (2006) e Cardoso et al. (2015), pensando em agregar valor comercial à matéria prima de origem amilácea, a tecnologia de extrusão vem ganhando destaque devido à sua grande adaptabilidade operacional dentre os diferentes segmentos, seja na alimentação humana ou animal.

Na indústria alimentícia a tecnologia permite maior facilidade na preparação de misturas destinadas ao consumo humano, produzindo grande variedade de produtos, tais como: alimentos infantis, proteínas vegetais texturizadas, bebidas em pó instantâneas, amidos modificados, cereais pré-cozidos, *snacks*, farinhas instantâneas, amidos pré-gelatinizados utilizados na formulação de sopas de

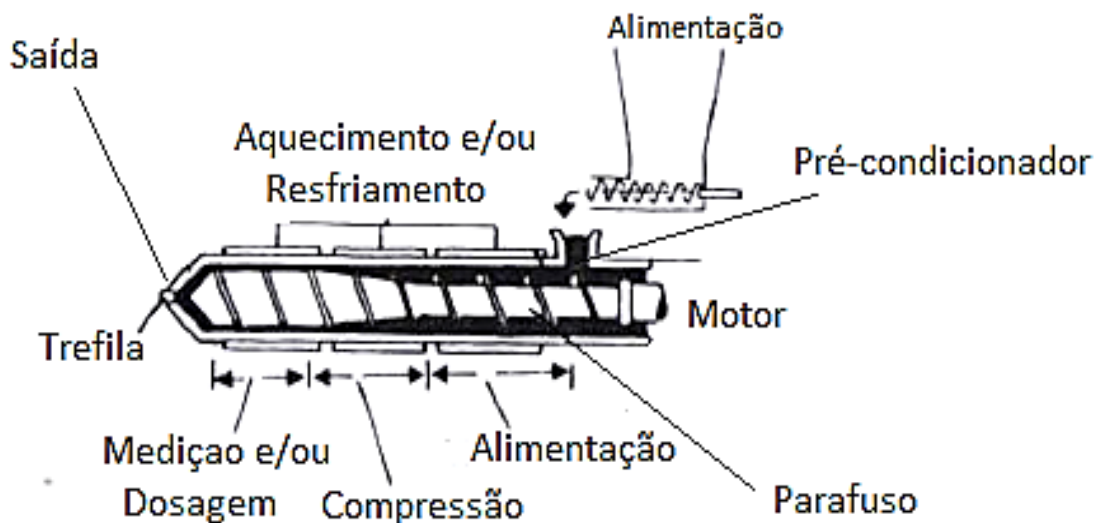
preparo rápido, molhos semiprontos, produtos de confeitaria, dentre outros (FELLOWS, 2006; VERNAZA; CHANG; STELL, 2009).

A principal diferença entre a extrusão e os outros métodos de processamento é a transformação ocorrida com a matéria-prima. Durante o processo de extrusão ocorre superaquecimento à alta pressão formando um sistema fluido que, ao passar pela matriz, sofre expansão provocada pela queda da pressão de vapor de água, cujos produtos extrusados expandidos frequentemente são obtidos de biopolímero como o amido (GUY, 2001b; HUBER, 2001), com período de permanência no extrusor variando de 10 a 270 segundos (KRABBE; LOIOLA, 2005).

A extrusão é um processo de tratamento térmico que combina calor, umidade e trabalho mecânico, modificando as características das matérias primas, dando-lhes novas formas, estruturas e características funcionais e nutricionais (CASTELLS et al., 2005; GUERREIRO, 2007; SHEN et al., 2010).

O processo é compreendido pelas etapas de pré-extrusão, extrusão e pós-extrusão. A pré-extrusão inclui o preparo e mistura dos ingredientes e umidade em proporções adequadas. A extrusão é a etapa na qual a matéria-prima é introduzida no equipamento por meio do alimentador, sendo impulsionada por rosca(s) em direção à saída da matriz (Figura 8) e a pós-extrusão, etapa que inclui a secagem dos extrusados expandidos para umidades inferiores a 10 % (m/m), resfriamento e aplicação de saborizante e/ou temperos (ASCHERI; CARVALHO, 2008).

Figura 8 - Corte transversal de um sistema de extrusão



Fonte: Adaptado de FELLOWS (2006).

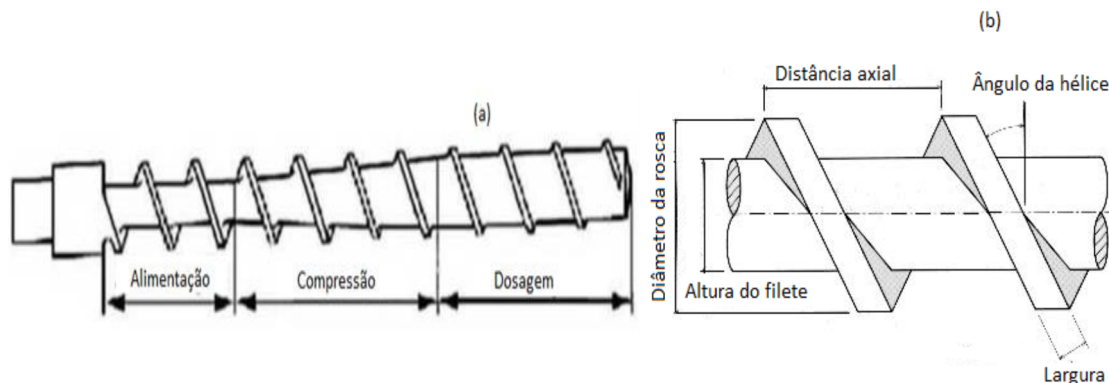
O extrusor normalmente é dividido em pré-condicionador, parafuso e orifício de saída. O pré-condicionador é uma câmara atmosférica pressurizada onde o material cru entra e é aquecido e hidratado pelo contato com o vapor de água. No parafuso ocorrem as transformações moleculares, e o calor é gerado pela rotação do parafuso e pela transferência de calor das camisas do canhão (MURAKAMI, 2010).

Para obtenção de produtos com características diversificadas o controle do processo de extrusão é de fundamental importância, variando as condições operacionais do equipamento, as características dos produtos são modificadas. Contudo, segundo Guerreiro (2007) e Ascheri e Carvalho (2008), os principais parâmetros a serem controlados durante a extrusão são: temperatura de extrusão, configuração do parafuso, velocidade de rotação do parafuso e configuração da matriz.

➤ A temperatura de extrusão proporciona mudanças nas propriedades físico-químicas dos produtos extrusados. Juntamente com a umidade da matéria prima, este parâmetro apresenta maior importância na gelatinização do amido (FELLOWS, 2006).

➤ A configuração do parafuso pode maximizar o grau de cozimento da matéria prima por meio dos elementos do parafuso e restritores de fluxo. Cada matéria prima necessita de uma configuração específica de parafuso e barril para obtenção do produto desejado (ASCHERI; CARVALHO, 2008). As Figuras 9a e 9b destacam respectivamente as diferentes zonas e configurações ajustáveis do parafuso de extrusão, sendo que, são tais configurações que precisam ser ajustadas para melhorar o resultado do produto final.

Figura 9 - Zonas do parafuso (a) e parâmetros ajustáveis em uma rosca de extrusão



Fonte: ROSA; SANTOS; BROGNOLI (2006).

➤ Na velocidade de rotação, o aumento proporciona maior taxa de cisalhamento. Entretanto, o tempo de residência no canhão de extrusão diminui, devendo-se observar os níveis ótimos para obtenção das características desejadas ao produto final (SALATA et al., 2014; CARDOSO et al., 2015).

➤ A configuração da matriz, com a modificação, conseqüentemente, a taxa de cisalhamento é alterada drasticamente. A intensidade de pressão no interior do cilindro de extrusão é diretamente proporcional ao tamanho da matriz. Por exemplo, se o cilindro for completamente aberto na matriz, não haverá pressão, inversamente, se for completamente fechado, a pressão será elevada (ASCHERI; CARVALHO, 2008).

Por fim, a extrusão é uma tecnologia relativamente simples, porém, controlar o processo é extremamente complexo devido ao grande número de variáveis envolvidas. O controle das condições operacionais tais como temperatura, taxa de cisalhamento e taxa de alimentação, além do teor de umidade e constituição da matéria prima são essenciais para garantir a qualidade do produto e minimizar perdas durante o processo.

2.3.1 Influência da extrusão sobre as características do amido

Devido as exigências tecnológicas requeridas pelas indústrias processadoras de amido, este necessita ser modificado, e o processo de extrusão é um dos métodos com característica para atender as exigências das indústrias processadoras, apresentando maior versatilidade e produtividade, quando comparado aos demais métodos, além de ser uma tecnologia limpa.

Com a extrusão as características do produto acabado sofrem alterações e, assim, a compreensão do mecanismo de degradação durante o processo é essencial para estabelecer as relações entre propriedade/estrutura do amido (LIU; HALLEY; GILBERT, 2010). As modificações que os amidos sofrem dependem principalmente da relação amilose/amilopectina e dos parâmetros de modificação como a temperatura, a velocidade e geometria do parafuso, além da umidade da matéria prima (FELLOWS, 2006).

Fica evidente, segundo Mitchel e Areas (1992), que as cadeias de amido sofrem rompimento interno e não pelas extremidades, onde há maior relação com o grau de cisalhamento do que com a temperatura de extrusão. No momento da extrusão,

considerando as extremidades não redutora e redutora da molécula, esta última formada por seis unidades de glicose ligada a três grupos redutores OH-, não é observado reações com outras moléculas presente no meio, ficando a cadeia glicosídica aberta e exposta para futuras interações (LIU; HALLEY; GILBERT, 2010).

A compreensão da maneira como ocorre à degradação do amido é de fundamental importância para o entendimento das interações moleculares, principalmente para as indústrias alimentícias. Há presença de ramificações com tamanhos e massas moleculares distintos, segundo Liu, Halley e Gilbert (2010), podem ser estudados isoladamente por meio de enzimas que clivam o polímero em pontos específicos, ajudando no entendimento da influência do cisalhamento na degradação. Para os autores e Lee et al. (2006) o mecanismo de degradação não é aleatório, pelo contrário, apresenta seletividade de acordo com as características estruturais do polímero, por exemplo, o tamanho molecular, onde as moléculas maiores são mais susceptíveis a degradação, resultando em cadeias menores com maior estabilidade, ocorrendo a clivagem fora dos pontos de ramificação.

A desorganização estrutural e a perda de cristalinidade e birrefringência do grânulo são as principais alterações sofridas pelo amido, as elevadas temperaturas conciliadas ao teor de umidade da matéria prima, entre 12 % a 22 % (m/m), provocam perturbações nas regiões cristalinas causando a gelatinização total e/ou parcial do grânulo, resultando em material com estrutura amorfa. (MITCHEL; AREAS, 1992; CAMIRE, 2000; HUBER, 2001; GONZÁLEZ-SOTO et al., 2007).

No decorrer do processo de extrusão a amilose é lixiviada para o meio acarretando aumento de viscosidade do fluido, que de acordo com Bouvier (2001), Marzec e Lewicki (2006) e Liu; Harlley e Gilbert (2010), favorece transformações químicas e modificações estruturais do grânulo, expondo sítios ativos, tais como, OH⁻ e COO⁻, alterando a solubilidade e absorção de água.

Pesquisadores têm estudado o efeito do processo de extrusão sobre o amido, avaliando a modificação físico-química que ocorre nos grânulos e seus constituintes, através do índice de absorção de água (IAA), índice de solubilidade em água (ISA), índice de expansão (IE), dureza e perfil de viscosidade (HARPER, 1994; FELLOWS, 2006).

O índice de solubilidade em água (ISA) permite verificar o grau de severidade do tratamento, em função da degradação, gelatinização, dextrinização e conseqüente solubilização do amido (CARVALHO; ASCHERI; CAL-VIDAL, 2002; GONZÁLEZ-

SOTO et al., 2007; YANG et al., 2008). O índice de absorção de água tem sido utilizado para atribuir a dispersão do amido em excesso de água, sendo influenciado pela elevação do grau de gelatinização do amido e pela redução da massa molecular das moléculas de amilose e amilopectina induzida pela extrusão (YAGCI; GOGUS, 2008). É notório que ambas as grandezas são inversamente proporcionais, com o aumento da degradação do amido ocorre elevação do índice de solubilidade, em contrapartida, resulta em redução do índice de absorção de água, concordando com Leonel; Freitas e Mischan (2009).

A expansão dos produtos extrusados, segundo Leonel; Souza e Mischan (2010) é o resultado da diferença de temperatura e pressão interna e externa, quando o fluido é expelido pela matriz, ocorre rápida descompressão e evaporação instantânea da água, originando bolhas de ar, expandindo o material extrusado.

De acordo com Borba; Sarmiento e Leonel (2005); Singh; Sekhon e Singh (2007) e Salata et al. (2014), alimentos com baixa umidade favorecem a expansão, em amiláceos a umidade age como plastificante, reduzindo a viscosidade e dissipação da energia mecânica no extrusor, resultando em extrusados mais densos e/ou duros, devido a supressão das bolhas de ar (DING et al., 2006; VERNAZA; CHANG; STEEL, 2009; LUSTOSA; LEONEL, 2010; SPNELLO et al., 2014; CARDOSO et al., 2015).

O perfil de viscosidade demonstra o comportamento da pasta de amido diante das modificações estruturais que ocorrem com as moléculas durante o ciclo de aquecimento, sendo de extrema importância em materiais extrusados (LUSTOSA; LEONEL, 2010). Com o aquecimento ocorre o intumescimento e gelatinização dos grânulos, atingindo a viscosidade máxima em torno de 95 °C. Segundo Souza e Leonel (2010), dependendo das condições operacionais adotadas durante a extrusão, pode ocorrer fragmentação completa da estrutura molecular do grânulo de amido, havendo ausência de viscosidade por perda de ordem cristalina. Entretanto, estando o amido parcialmente e/ou completamente gelatinizado, torna-se possível a rápida hidratação dos grânulos a temperatura ambiente, sendo importante em produtos em que se almeja viscosidade a frio (MENEGASSI et al., 2007).

Devido às importantes modificações em nível molecular que os amidos sofrem a serem submetidos à modificação por meio da tecnologia de extrusão, diversos estudos têm sido realizados com o intuito de avaliar e entender a influência das condições adotadas durante o processamento sobre as características físico-

químicas e reológicas dos materiais amiláceos, por exemplo cita-se, Borba, Sarmiento e Leonel (2005); Menegassi et al. (2007); Lustosa et al. (2009); Leonel, Freitas e Mischon (2010); Souza e Leonel (2010); Fiorda et al. (2015); Chandanasree, Gul e Riar (2016) e Charle et al. (2016).

Como apresentado, a tecnologia de extrusão atribui diferentes parâmetros tecnológicos de interesse para as indústrias em geral, especialmente, à indústria alimentícia. Sendo uma tecnologia relativamente de baixo custo, a técnica é muito eficiente e possibilita a produção de inúmeros produtos com variedade diversificada, sendo possível a obtenção de produtos com características únicas, simplesmente controlando os parâmetros operacionais do equipamento. O conhecimento dos parâmetros tecnológicos como absorção e solubilidade em água, perfil de viscosidade, dureza, expansão e inchamento, podem proporcionar empregabilidade eficiente das mais variadas matérias primas amiláceas em segmentos industriais específicos.

3 MATERIAL E MÉTODOS

3.1. Obtenção dos amidos

Foram utilizados amidos de mandioca, batata-doce e mandioquinha-salsa. Os amidos de batata-doce e mandioquinha-salsa foram obtidos por extração de raízes cultivadas em ensaios na Fazenda Experimental São Manuel, localizada no município de São Manuel-SP (latitude 22°46'35" Sul e 48°34'44" Oeste, altitude máxima de 750 metros acima do nível do mar), pertencente à Faculdade de Ciências Agrônômicas, UNESP/Botucatu-SP. O solo é classificado como Latossolo Vermelho distrófico, textura arenosa com teores de argila, silte e areia de 104, 24 e 872 g kg⁻¹, respectivamente. O clima da região é classificado como temperado mesotérmico, com temperatura, precipitação fluvial e índice de insolação anual média em torno de 21 °C, 1.377 mm e 371 horas de luz, respectivamente.

As raízes de batata-doce foram cultivadas por período de 150 dias (out/fev) e as raízes de mandioquinha-salsa por 365 dias (out/set). Antecedendo ao plantio das mudas o solo foi preparado com aração e realizou-se amostragem para avaliação da fertilidade do solo. Posteriormente, aplicou-se calcário dolomítico para correção da saturação e a adubação foi realizada de acordo com a análise de fertilidade e as recomendações técnicas de Câmara e Santos (2002) e Boletim 100.

Após a condução em campo, as raízes foram colhidas e encaminhadas ao Centro de Raízes e Amidos Tópicos (CERAT), onde foram lavadas e, posteriormente, o amido foi extraído e caracterizado quanto à composição físico-química.

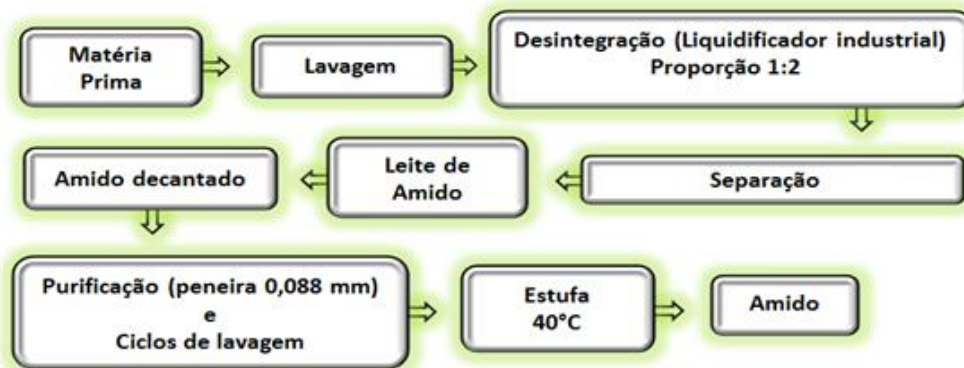
O amido de mandioca foi cedido pela Fecularia Flor de Lotus, situada na cidade de Cândido Mota/SP, Brasil.

3.1.1. Extração dos amidos de batata-doce e mandioquinha-salsa

As raízes foram desintegradas na proporção 1:2 em água gelada com auxílio de liquidificador industrial. A suspensão obtida foi passada por peneiras de aberturas de 0,250 mm (60 mesh) e 0,088 mm (170 mesh). O bagaço retido nas peneiras foi novamente desintegrado em liquidificador industrial, permitindo assim, melhor eficiência de extração. Após a decantação do amido descartou-se o sobrenadante e

o amido foi suspenso novamente em água gelada, este processo, repetiu-se inúmeras vezes para purificação. Posteriormente o amido foi seco em estufa com circulação de ar forçado à temperatura de 40 °C, obedecendo à metodologia descrita por Guerreiro (2002), conforme demonstrado na Figura 10.

Figura 10 - Fluxograma de extração de amido



3.2 Composição físico-química dos amidos nativos

Os amidos após o processo de extração foram caracterizados segundo o teor de umidade, teor de cinzas, proteína, lipídios, açúcares totais, fibra alimentar, amido, pH, acidez titulável, tamanho e forma dos grânulos, cristalinidade, amilose, amido resistente, fósforo, propriedades de pasta, propriedades térmicas, índice de absorção de água, índice de solubilidade em água; poder de inchamento e solubilidade. Todas as análises foram realizadas em triplicata conforme protocolos analíticos.

3.2.1 Determinação do teor de umidade – Método 44-15.02

Para determinar o teor de umidade, em torno de 3 g de amostra foi colocada em estufa a 105 °C por 8 horas até a obtenção de massa constante, obedecendo ao método proposto pela AACCI (2016). Os resultados foram expressos em percentual conforme equação (1).

$$\% \text{Umidade} = 100 - ((C_B - C_A) / M) * 100 \quad (1)$$

Onde: C_B : Massa do cadinho com amostra seca em estufa; C_A : Massa do cadinho sem amostra; M : Massa da amostra em grama (g).

3.2.2 Determinação do teor de cinzas – Método 08-12.01

Para a determinação do teor de cinzas as amostras foram submetidas à combustão em mufla por período mínimo de 2 horas a 550 °C. Após esse período as amostras foram resfriadas em dessecador e pesadas posteriormente (AACCI, 2016). Os resultados foram expressos na base úmida em g 100 g⁻¹, conforme equação (2).

$$\% \text{Cinzas} = ((C_B - C_A) / M) * 100 \quad (2)$$

Onde: C_B: Massa após combustão do cadinho; C_A: Massa do cadinho sem amostra; M: Massa da amostra em grama (g).

3.2.3 Determinação do teor de proteína – Método 46-10.01

O teor de proteína foi determinado pelo método de Kjeldahl, conforme AACCI (2016). O fator 6,25 foi utilizado para converter o teor de nitrogênio (primordialmente amoniacal) em proteína. Os resultados foram expressos em g 100 g⁻¹ na base úmida, conforme equação (3).

$$\% \text{Proteína} = ((V_T - V_B) * 0,00014 * [A] * F_c / M) * 100) * 6,25 \quad (3)$$

Onde: V_T: Volume de H₂SO₄ gasto na titulação da amostra; V_B: Volume de H₂SO₄ gasto na titulação do branco; [A]: Concentração do ácido em normalidade (Eq L⁻¹); F_c: Fator de correção do ácido; M: Massa da amostra em grama (g).

3.2.4 Determinação do teor de lipídios – Método 30-25.01

Foram utilizados 3 g de amostra, a extração foi feita em Soxhlet utilizando éter de petróleo, conforme metodologia proposta pela AACCI (2016). Os resultados foram expressos na base úmida em g 100 g⁻¹, conforme equação (4).

$$\% \text{Lipídio} = (B_2 - B_1) * 100 / M \quad (4)$$

Onde: B₂: Massa do balão com resíduo; B₁: Massa do balão sem resíduo; M: Massa da amostra em grama (g).

3.2.5 Determinação do teor de açúcares totais – Método 80-60.01

Para a determinação do teor de açúcares totais foram pesados 500 mg de amostra em Erlenmeyer e acrescentaram-se 60 mL de etanol 50 % (v/v) e, em seguida, as amostras foram colocadas em banho com aquecimento a 65 °C por 60 minutos. Após, acrescentaram-se 1 mL de HCl concentrado (12 mol L⁻¹) e as amostras retornaram ao banho por mais 60 minutos. Posteriormente as amostras foram resfriadas, neutralizadas e diluídas, o volume ajustado para 50 mL em balão volumétrico.

Posteriormente, foi transferido 1 mL do extrato para tubo de ensaio e adicionaram-se 1 mL do reativo de trabalho Somogyi, sendo os tubos condicionados em banho térmico em ebulição por 10 minutos. Em seguida, os tubos foram resfriados em temperatura ambiente e adicionaram-se 1 mL do reativo de trabalho de Nelson e 7 mL de água deionizada. Os tubos foram homogeneizados e as absorbâncias foram medidas em espectrofotômetro a 535 nm. Os resultados foram expressos em g 100 g⁻¹ na base úmida (AACCI, 2016), conforme equação (5).

$$\%AST = C * 100 / M \quad (5)$$

Onde: C: Teor de açúcar obtido por meio da regressão linear $y = a+bx$; y: Variável dependente; x: Variável independente; b: Inclinação da reta; a: Intersecção com o eixo y; M: Massa de amostra em µg contida em 50 mL.

3.2.6 Determinação do teor de fibra bruta – Método 32-10.01

A fibra bruta foi obtida por hidrólise ácida (H₂SO₄ 1,25 % (v/v)) seguida de hidrólise alcalina (NaOH 1,25 % (m/m)). Para determinação foram utilizados 3 g de amostra processadas em bloco digestor de fibras, obedecendo à metodologia proposta pela AACCI (2016). Os resultados foram expressos na base úmida em g 100 g⁻¹, conforme equação (6).

$$\%Fibra = M_{resíduo} - M_{papel} * 100 / M \quad (6)$$

Onde: M_{resíduo}: Massa do papel com resíduo seco; M_{papel}: Massa do papel seco sem resíduo; M: Massa da amostra em grama (g).

3.2.7 Determinação do amido total – Método 76.13-01

O teor de amido total foi realizado conforme metodologia adaptada de AACCI (2016). Foram transferidos 200 mg de amostra para Erlenmeyer de 125 mL, adicionaram-se 42 mL de água destilada, 100 µL de enzima alfa-amilase e 1 mL de solução tampão Acetato de Sódio 2 mol L⁻¹ em pH 5,35. As amostras foram condicionadas em banho com agitação à temperatura de 90 °C por duas horas.

Após, foram resfriadas a temperatura ambiente e adicionaram-se 100 µL de enzima Amiloglicosidase, retornando-as ao banho com aquecimento por mais duas horas sob agitação constante a temperatura de 55 °C. Posteriormente, as amostras foram resfriadas e transferidas para balão volumétrico de 250 mL e o volume foi ajustado. Alíquota de 5 mL foi transferida para balão volumétrico de 100 mL, o pH foi ajustado entre 7 a 9 com hidróxido de sódio 4 mol L⁻¹. A seguir, transferiu-se alíquota de 1 mL do extrato para tubo de ensaio e adicionaram-se 1 mL do reativo de trabalho Somogyi, sendo os tubos condicionados em banho térmico em ebulição por 10 minutos.

Em seguida, os tubos foram resfriados em temperatura ambiente e adicionaram-se 1 mL do reativo de trabalho de Nelson e 7 mL de água deionizada. Os tubos foram homogeneizados e as absorbâncias foram medidas em espectrofotômetro a 535 nm, sendo feita a conversão para amido pela multiplicação do percentual de açúcar obtido pelo fator 0,9. Os resultados foram expressos na base úmida em g 100 g⁻¹, conforme equação (7).

$$\% \text{Amido} = (C * 100 / M_{(\mu\text{g})}) * 0,9 \quad (7)$$

Onde: C: Teor de amido obtido por meio da regressão linear $y = a+bx$; y: Variável dependente; x: Variável independente; b: Inclinação da reta; a: Intersecção com o eixo y; M: Massa em µg da amostra contida em 1 mL utilizado para determinação; 0,9: Fator de conversão de glicose para amido.

3.2.8 Determinação do potencial hidrogeniônico (pH) – Método 02-52.01

A determinação do potencial hidrogeniônico foi realizado em pHmetro a temperatura de 25 °C. Para a análise foram utilizados 5 g de amostra condicionadas em Erlenmeyers de 250 mL com 50 mL de água deionizada.

As amostras foram agitadas durante 30 minutos, posteriormente, antes da leitura, as amostras foram deixadas em repouso durante 15 minutos, conforme metodologia descrita por AACCI (2016).

3.2.9 Determinação da acidez titulável – Método 02-31.01

Após a determinação do pH, as amostras foram utilizadas para determinação da acidez titulável. Foram adicionados entre 2 a 3 gotas de fenolftaleína 1 % (m/v) e prosseguiu-se a titulação potenciométrica até pH entre 8,2 a 8,3 com NaOH 0,10 mol L⁻¹. Os resultados foram expressos em mL de NaOH mol L⁻¹100 g⁻¹ (AACCI, 2016), conforme equação (8).

$$\text{Acidez} = V * C_{\text{NaOH}} * Fc * 100 / M \quad (8)$$

Onde: V: Volume de NaOH gasto na titulação (mL); C_{NaOH}: Concentração molar da solução de NaOH (0,1 e/ou 0,01); Fc: Fator de correção da solução de NaOH; M: Massa da amostra em grama (g).

3.2.10 Determinação da distribuição dos tamanhos dos grânulos

O perfil de distribuição foi realizado conforme Mesquita et al. (2016) em analisador de tamanho de partículas (Mastersizer 2000, Malvern Instruments Ltda versão 5.6 LTDA.). O diâmetro médio foi determinado baseando-se no diâmetro médio de uma esfera de mesmo volume (diâmetro de Brouckere - D 4,3).

Para análise, cerca de 0,15 g de amostra foram coletados e adicionaram-se cerca de 10 mL de água deionizada e agitadas a 1750 rpm, este procedimento foi realizado entre 15 a 20 minutos antes da análise e, alíquotas de 2 mL foram utilizadas para determinação. A operação foi realizada em duplicata com três leituras cada, obtendo-se seis resultados ilustrados pelo software do equipamento.

Os grânulos foram distribuídos quanto aos diâmetros: 0-1,99 µm; 2,0-4,99 µm; 5,0-9,99 µm; 10,0-14,99 µm; 15,0-19,99 µm; 20,0-24,99 µm; 25,0-29,99 µm; 30,0-34,99 µm; 35,0-39,99 µm e >40,0 µm.

3.2.11 Determinação da forma dos grânulos por microscopia eletrônica óptica

As determinações das formas dos grânulos dos amidos nativos foram realizadas pelo programa Axio Vision Rel. 4.8.2 – SP2 por meio das imagens obtidas com microscópio óptico, com polarização de luz, AXIOSHOP 2 Plus – Zeiss, conforme citado em Leonel (2007).

3.2.12 Determinação da cristalinidade dos grânulos

As amostras foram compactadas em suporte de alumínio e analisadas utilizando-se difrattômetro de raios-X da marca Rigaku Rotaflex (modelo RU 200 B), operando com filtro monocromático, radiação Ka de cobre, potência de 0,8 kW, corrente de 100 mA e voltagem de 50 kV. O comprimento de onda utilizado foi de 1,5406 Å (0,15406 nm). As análises foram feitas entre 5° e 50°, sendo a velocidade de varredura de 1° minuto⁻¹. A intensidade foi expressa em contagem de picos por segundo (cps). O índice de cristalinidade relativa (IC) foi quantitativamente estimado de acordo com o método proposto por Hermans e Weidinger (1984 apud SEBIO, 2003). As áreas amorfas e cristalinas foram medidas utilizando software Origin 7.5 e o índice de cristalinidade calculado conforme equação (9).

$$IC = Ac / (Aa + Ac) * 100 \quad (9)$$

Onde: IC: Índice de cristalinidade relativa; Ac: Área da região cristalina da curva; Aa: Área da região amorfa da curva.

3.2.13 Determinação do teor de amilose

O teor de amilose foi determinado segundo metodologia ISO-6647 (1987). Foram pesados 150 mg de amostra, previamente desengordurada, em Erlenmeyer, adicionaram-se 1 mL de etanol 95 % (v/v) e 9 mL de NaOH 1 mol L⁻¹ agitando suavemente. Os Erlenmeyers foram condicionados em banho de água em ebulição por 10 minutos, resfriando-os posteriormente à temperatura ambiente.

Em seguida, o material foi transferido para balão volumétrico de 100 mL e o volume ajustado com água deionizada. Alíquota de 18 mL foi tomada e transferida para tubos de ensaio de 50 mL contendo 2 mL de NaOH a 0,09 mol L⁻¹. Deste,

alíquota de 5 mL foi transferida para balão volumétrico de 100 mL e adicionaram-se 1 mL de ácido acético 1 mol L⁻¹ e 2 mL de solução de iodo a 0,0157 N (Eq L⁻¹), o volume foi ajustado com água deionizada. Os balões foram deixados em repouso durante 20 minutos ao abrigo da luz e as absorbâncias medidas em espectrofotômetro a 620 nm. O teor de amilose foi calculado conforme equação (10) e os resultados expressos em g 100 g⁻¹.

$$\% \text{ amL} = C * 100 / M_{(\text{mg})} \quad (10)$$

Onde: Teor de amilose obtido por meio da regressão linear $y = a+bx$; y: Variável dependente; x: Variável independente; b: Inclinação da reta; a: Intersecção com o eixo y; M: Massa em mg contida em 5 mL de amostra.

3.2.14 Determinação das frações do amido

A determinação das frações digeríveis do amido foi realizada segundo metodologia proposta por Englyst et al. (1992). Foram pesados 800 mg de amostra em tubos Falcon de 50 mL e adicionaram-se 20 mL de acetato de sódio 0,10 mol L⁻¹ pH 5,2 contendo 4 mmol L⁻¹ de CaCl₂. Posteriormente, as amostras foram condicionadas horizontalmente em banho com aquecimento a temperatura de 37 °C durante 5 minutos. Após, foi coletado alíquota de 250 µL do extrato, que foram transferidos para tubo de ensaio contendo 10 mL de etanol 66 % (v/v), misturou-se em agitador Vortex. A esta fração nomeou-se G₀. Em seguida, foram adicionados 5 mL da mistura de enzimas, os tubos foram condicionados horizontalmente em banho térmico sob agitação constante (160 rpm) a 37 °C. Passados 20 minutos, retirou-se nova alíquota de 250 µL do extrato e foram transferidos para tubo de ensaio contendo 10 mL de etanol 66 % (v/v). O procedimento foi repetido após 100 minutos, a essas frações nomeou-se G₂₀ e G₁₂₀, respectivamente.

As frações coletadas G₀, G₂₀ e G₁₂₀ foram centrifugadas até obtenção de sobrenadante límpido (3600 rpm entre 2-4 minutos ou conforme necessário) e quantificadas com o kit glicose oxidase (GOD), o teor foi calculado conforme equação (11) e os resultados expressos em g 100 g⁻¹ na base úmida.

Posteriormente, os tubos foram retirados e agitados vigorosamente em agitador Vortex, sendo condicionados em banho térmico em ebulição por 30 minutos, após

esse tempo, foram agitados novamente e resfriados em banho com gelo durante 20 minutos. Em seguida, adicionaram-se 10 mL de hidróxido de potássio 7 mol L⁻¹, homogeneizados e incubados horizontalmente em banho com gelo (0 °C) por 30 minutos. Passado o tempo necessário, as amostras foram retiradas do banho e, imediatamente foi transferido alíquota de 1 mL para tubos, preparados anteriormente, contendo 10 mL de ácido acético (CH₃COOH) 0,5 mol L⁻¹, homogeneizados em agitador Vortex. Adicionaram-se 0,2 mL de enzima amiloglucosidase 50 AGU/mL ao tubo, sendo condicionados em banho térmico a 70 °C durante 30 minutos.

A seguir, os tubos foram transferidos para o banho térmico em ebulição por 10 minutos, resfriados em temperatura ambiente e adicionaram-se 40 mL de água deionizada e centrifugados a 3600 rpm por 10 minutos. O teor de glicose total (TG) foi determinado com o kit glicose oxidase, conforme equação (11). As frações digeríveis e resistente do amido foram obtidas conforme equações (12) (13) e (14), os resultados foram expressos em g 100 g⁻¹ na base úmida.

$$\% \text{ Glicose} = (\text{Abs}_{\text{Am.}} \cdot V_t \cdot F_{\text{GOD}} \cdot D / M_{\text{mg}}) \quad (11)$$

$$\% \text{ ARD} = (G_{20} - G_0) \cdot 0,9 \quad (12)$$

$$\% \text{ ALD} = (G_{120} - G_{20}) \cdot 0,9 \quad (13)$$

$$\% \text{ AR} = (\text{TG} - G_{120}) \cdot 0,9 \quad (14)$$

Onde: Abs_{Am.}: Absorbância da amostra; V_t: Volume total da amostra (considerando as alíquotas retiradas); F_{GOD}: Absortividade molar da glicose; D: diluição; M_{mg}: Massa em mg da amostra (pode-se corrigir com o teor de umidade); 0,9: Fator de conversão de glicose para amido; TG: Total de glicose; G₀, G₂₀ e G₁₂₀: Teor de glicose nos tempos 0, 20 e 120 minutos.

Mistura de enzimas: Diluir 3,15 mL de amiloglucosidase (300 AGU/mL) em 3,60 mL de água deionizada, obtendo-se solução de 140 AGU/mL. Paralelamente, medir 12 g de pancreatina e suspender em 80 mL de água deionizada, agitar por 15 minutos em agitador magnético. Após, centrifugar a suspensão por 15 minutos a 3600 RPM e tomar alíquota de 54 mL, misturar à solução de amiloglucosidase preparada anteriormente e adicionar 0,04 g de invertase (300 EU/mg).

3.2.15 Determinação do teor de fósforo

O teor de fósforo foi determinado conforme metodologia descrita por Malavolta, Vitti e Oliveira (1997). Foram pesados 250 mg de amostra em tubos de digestão e adicionaram-se 7 mL de solução de HNO₃ e HClO₄ na proporção 6:1 (v/v). Os tubos foram submetidos a digestão sob programa de temperatura variando entre 50 °C a 260 °C até obtenção de extrato límpido. Posteriormente, as amostras foram resfriadas e o volume ajustado para 25 mL com água deionizada.

O fósforo foi determinado baseando-se na formação de complexo amarelo do sistema vanadomolibdofosfórico em meio ácido. Foi tomado alíquota de 1 mL do extrato obtido anteriormente e adicionaram-se 4 mL de água deionizada e 2 mL da mistura metavanato de amônio a 0,25 % (m/v) e molibdato de amônio a 5 % (m/v) em partes iguais. Após repouso de 5 min a absorbância da cor desenvolvida foi medida em espectrofotômetro a 420 nm. Os resultados foram expressos em g 100 g⁻¹, na base úmida, conforme equação (15).

$$\%P = 10^2 \times C \times 10^{-6} / M_{(g)} \quad (15)$$

Onde: C: Teor de fósforo em µg/5 mL obtido por meio da regressão linear $y = a + bx$; y: Variável dependente; x: Variável independente; b: Inclinação da reta; a: Intersecção com o eixo y; M: Massa da amostra contida em 25 mL de extrato.

3.2.16 Determinação das propriedades de pasta

As propriedades de pasta foram determinadas por Análise de Viscosidade Rápida (RVA) seguindo metodologia descrita por Leonel et al. (2016), utilizando analisador Newport Scientific - série 4. As medidas das massas foram realizadas de acordo com perfil de umidade, equações (16) e (17). As características avaliadas foram: viscosidade a frio, viscosidade máxima (pico), queda de viscosidade ou *breakdown* (diferença entre a viscosidade máxima e da pasta mantida a 95 °C por 5 min.), viscosidade final e tendência a retrogradação ou *setback* (diferença entre a viscosidade final e viscosidade da pasta a 50 °C por 5 min.). Os parâmetros foram avaliados com o auxílio do *Software Thermocline for Windows*, versão 2.6, utilizando o perfil *extrusion2*. O teor de umidade foi utilizado para correção da quantidade de

material a ser medido e água adicionada tomando como base umidade padrão de 14 % (m/m). Os resultados foram expressos em unidades de RVU.

$$S = 86 \cdot A / 100 - M \quad (16)$$

$$W = 25 + (A - S) \quad (17)$$

Onde: A: Massa da amostra em base 14 % (m/m) umidade (3 g); M: Teor real de umidade (amostra); S: Massa ajustada a ser medida; W: Volume de solução.

3.2.17 Determinação das propriedades térmicas

As propriedades térmicas foram analisadas utilizando Calorímetro Diferencial de Varredura (DSC), Perkin Elmer, equipado com um intracooler e um software de análise térmica - Pyris 1. Para as análises de gelatinização, aproximadamente 2 mg (bs) de amostra foram medidos em cápsulas de alumínio e 6 µL de água deionizada foram adicionados, em seguida seladas. Para o perfil de gelatinização, as suspensões de amido foram deixadas em equilíbrio por 24 h à temperatura ambiente antes da análise. As amostras foram aquecidas de 25 a 100 °C com taxa de 10 °C min⁻¹, sendo os parâmetros avaliados, temperatura inicial, de pico, de conclusão, variação de temperatura e variação de entalpia (T_o, T_p, T_c, ΔT e ΔH, respectivamente). Cápsula de alumínio vazia foi utilizada como referência. Após, os amidos gelatinizados foram armazenados a 4 °C por 14 dias. Posteriormente as amostras foram reanalisadas utilizando as mesmas condições anteriores e o perfil térmico obtido foi utilizado para calcular o percentual de retrogradação, conforme equação (18) (GARCIA et al., 2014).

$$\Delta H_{\text{retrogradação}} / \Delta H_{\text{gelatinização}} \times 100 \quad (18)$$

Onde: ΔH: Variação de entalpia.

3.2.18 Determinação do índice de absorção de água (IAA) e índice de solubilidade em água (ISA)

Os índices de absorção e solubilidade em água foram obtidos de acordo com a metodologia de Anderson, Conway e Peplinski (1970). Foram pesados 2,5 g de material em tubo Falcon de 50 mL e adicionaram-se 30 mL de água deionizada em

temperatura ambiente. Os tubos foram agitados durante 30 minutos e, em seguida, centrifugados a 3600 rpm por 10 minutos. Posteriormente, foi coletado alíquota de 10 mL do sobrenadante e transferido para cadinho de porcelana previamente tarado, sendo após, levado à estufa por 8 horas a 105 °C (PRE). O sobrenadante restante foi descartado e a massa do gel remanescente foi medida (PRC). Os índices foram obtidos conforme equações (19) e (20).

$$IAA = PRC / PA \quad (19)$$

$$ISA = (PRE / PA) * 100 \quad (20)$$

Onde: IAA: Índice de absorção de água (g gel g⁻¹); ISA: Índice de solubilidade em água (g 100 g⁻¹); PRC: Massa do resíduo da centrifugação (g); PA: Massa da amostra (g); PRE: Massa do resíduo da evaporação (g) x 3.

3.2.19 Poder de inchamento (PI) e solubilidade (SS)

Foram pesados 0,2 g de amostra em tubos de centrifuga de 50 mL e adicionaram-se 20 mL de água deionizada. Após, os tubos foram condicionados em banho com aquecimento durante 30 minutos a 93 °C (±2 °C), agitados suavemente e ocasionalmente. Em seguida, os tubos foram centrifugados a 3600 rpm por 15 minutos e alíquota de 5 mL foi transferida para cadinho de porcelana previamente tarado, sendo após, levado à estufa por 8 horas a 105 °C. O sobrenadante restante foi descartado e a massa do gel remanescente medida (SCHOCH, 1964). Os resultados foram obtidos conforme equações (21) e (22).

$$SS (g.100g^{-1}) = (M_{sob} * 400) / M_{(bs)} \quad (21)$$

$$PI (g.100g^{-1}) = M_{gel} * 100 / (M_{(bs)} - \% SS) \quad (22)$$

Onde: M_{sob}: Massa do sobrenadante medida após evaporação; M_(bs): Massa da amostra em base seca; M_{gel}: Massa do gel remanescente.

3.3 Modificação por extrusão

A modificação dos amidos foi realizada em linha completa de extrusão INBRA-RX da empresa Inbramaq S/A com motor de 10 HP acoplado a um redutor de velocidade, sistema de extrusão através de fricção mecânica, rosca simples de

extrusão, sistema de refrigeração hidráulica para controle da temperatura na camisa de extrusão, velocidade variável e capacidade de produção de 50 Kg h⁻¹ (Figura 11).

Figura 11 - Sistema completo de extrusão INBRA-RX



Para avaliar o efeito da modificação sobre as características dos amidos de mandioca, batata-doce e mandioquinha-salsa foram realizados dois experimentos com os seguintes objetivos: (i) verificar o efeito da modificação em extrusor monorosca sobre os amidos (ii) avaliar a influência dos parâmetros temperatura (T), rotação da rosca (RR) e teor de umidade da matéria prima (U) sobre as características dos amidos.

3.3.1 Experimento 1

Para verificar o efeito da modificação sobre os amidos foram considerados como parâmetros fixos de processamento: Taxa de compressão da rosca (3:1), taxa de alimentação (150 g min⁻¹), diâmetro da matriz (4 mm), temperaturas na 1^a zona (25 °C), na segunda zona (40 °C) e na 3^a zona (90 °C), rotação da rosca (230 rpm) e umidade das amostras (20 % (m/m)).

3.3.2 Experimento 2

Após a observação das alterações produzidas sobre as características dos amidos pelo processamento no extrusor, avaliou-se a influência dos parâmetros variáveis do processo sobre as características dos amidos. Neste experimento os

parâmetros de processamento foram divididos em parâmetros variáveis e fixos de extrusão, conforme demonstrado na Tabela 8.

Tabela 8 - Parâmetros variáveis e fixos adotados na modificação via extrusão

Parâmetros Variáveis	Parâmetros Fixos
Temperatura de extrusão na 3ª zona (65 a 115 °C)	Taxa de compressão da rosca (3:1)
Teor de Umidade (16 a 24 % (m/m))	Taxa de alimentação (150 g min ⁻¹)
Rotação da Rosca (205 a 255 rpm)	Abertura da matriz (4 mm)
	Temperatura na 1ª e 2ª zonas (25 e 40 °C, respectivamente)

O processo de extrusão seguiu o delineamento 'central composto rotacional' para três fatores, segundo proposto por Cochran; Cox (1957), com um total de 20 tratamentos, a saber:

- Oito tratamentos correspondentes ao fatorial 2³, onde os três fatores são: RR = rotação da rosca (RPM), T = temperatura (°C), U = umidade (% (m/m)), cada qual em dois níveis, codificados como -1 e +1.
- Seis tratamentos com níveis mínimo e máximo de cada fator, codificados como - α e + α , respectivamente, sendo $\alpha = 2^{3/4} = 1,682$.
- Um tratamento central repetido seis vezes, codificado como ponto central e/ou zero, onde os fatores estão todos em um nível médio (Tabela 9).

Tabela 9 - Variáveis reais e codificadas do processo de extrusão

Fatores	Níveis de Codificação				
	-1,682	-1	0	+1	+1,682
T	65	75	90	105	115
U	16	17,6	20	22,4	24
RR	205	215	230	245	255

T – Temperatura (°C); U – Umidade (g 100g⁻¹) e RR – Rotação da rosca (RPM).

3.4 Caracterização dos produtos extrusados

Após a obtenção, os extrusados foram moídos e acondicionados em recipientes de polietileno com tampa para posterior caracterização. Os extrusados foram avaliados quanto a cor; índice de expansão; volume específico; dureza; amido

resistente; índice de absorção de água (IAA); índice de solubilidade em água (ISA); propriedades de pasta; poder de inchamento e solubilidade.

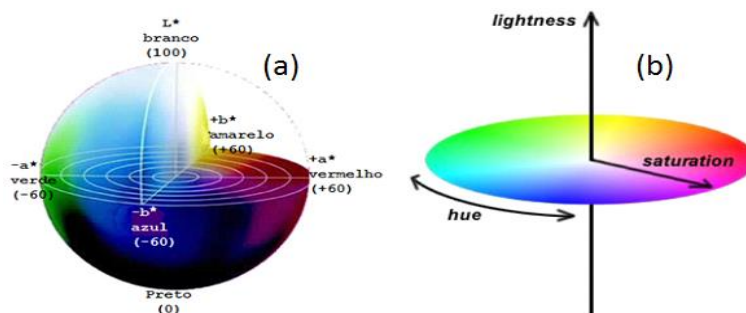
3.4.1 Determinação da cor

A determinação da cor foi realizada em colorímetro Minolta CR-400 (Konica Minolta Sensing). A determinação ocorreu no sistema CieLab de Hunter com determinação do ângulo hue e cromaticidade. No sistema CieLab, L^* indica a luminosidade, variando em uma escala de preto (0) ao branco (100); os parâmetros a^* indica a variação de pigmentos de cor que varia entre o verde (-60) e o vermelho (+60) e b^* indica intensidade de pigmentos de cor variando entre o azul (-60) e o amarelo (+60); h° indica a saturação da cor e o C^* indica a intensidade propriamente da cor (Figuras 12a e 12b). O ângulo hue (h°) e a cromaticidade (C^*) foram calculados conforme as equações (23) e (24), respectivamente.

$$h^\circ = \tan^{-1}(b^*/a^*) \quad (23)$$

$$C^* = \sqrt{(a^*)^2 + (b^*)^2} \quad (24)$$

Figura 12 - Representação da cor sólida segundo escala CieLab (a) e espacial no sistema Hunter (b)



3.4.2 Determinação do índice de expansão

O índice de expansão foi calculado pela relação entre o diâmetro médio da amostra e o diâmetro da matriz, o índice foi calculado por meio da média aritmética obtido pela medida de 20 extrusados, conforme proposto por Faubion e Hosney (1982).

3.4.3 Determinação do volume específico

O volume específico foi calculado pelo método de deslocamento de massa, mediu-se o volume de sementes de painço deslocado por 5 produtos expandidos. O volume das sementes deslocadas foi medido com auxílio de proveta e o volume específico calculado em razão da massa dos extrusados, conforme equação (25).

$$VE_{mL.g^{-1}} = V_a / M \quad (25)$$

Onde: V_a : Volume médio medido das sementes deslocadas pelo extrusado; M : Massa de cinco extrusados (g).

3.4.4 Determinação da dureza

Para a determinação da dureza foram utilizados 5 *snacks* de cada tratamento. O equipamento utilizado foi Texture Analyser TA.XT.Plus – Stable Micro Systems, onde mediu-se a força necessária para o cisalhamento completo dos *snacks* em célula tipo “Warner Bratzler”, acoplado a uma célula de carga 50 Kg, ponteira PROB-P75. Os parâmetros utilizados para as análises foram, velocidade no pré-teste e pós-teste: 2 mm s⁻¹, velocidade no teste: 2 mm s⁻¹, distância percorrida: 5 mm.

3.4.5 Determinação do teor de amido resistente

O teor de amido resistente dos produtos extrusados foi determinado conforme metodologia descrita por Gõni et al. (1996). Pesou-se 100 mg de amostra em Erlenmeyer 125 mL e foram adicionados 10 mL de KCl/HCl 0,2 mol L⁻¹ em pH 1,5 e 0,1 mL de solução de pepsina a 1 % (m/v). Posteriormente, as amostras foram condicionadas em banho com aquecimento por 60 minutos a 40 °C, sob agitação constante. Em seguida, foram resfriadas e adicionaram-se 9 mL de solução tampão Trismaleate 0,10 mol L⁻¹ em pH 6,9 e 1 mL de enzima α -amilase a 40 μ g mL⁻¹. Posteriormente, a amostra foi incubada em banho com aquecimento por 16 horas a 37 °C sob agitação constante. Após, as amostras foram filtradas em papel de filtro quantitativo diâmetro 12,5. O material retido foi lavado com água deionizada e transferido para Erlenmeyer de 125 mL com auxílio de 3 mL de água deionizada e

2,7 mL de hidróxido de potássio (KOH) 2 mol L⁻¹. O Erlenmeyer foi agitado em temperatura ambiente por 30 minutos para solubilização do amido resistente.

Em seguida, adicionaram-se 4,5 mL de ácido clorídrico (HCl) 1 mol L⁻¹, 3 mL de solução tampão acetato de sódio em pH 4,75 e 80 µL de enzima amiloglicosidase. Após, as amostras foram submetidas ao banho com aquecimento por 45 minutos a 60 °C, sob agitação constante. Após, as amostras foram filtradas e o resíduo lavado com 10 mL de água deionizada, sendo o resíduo descartado. Após, alíquota de 20 µL do extrato foi transferida para tubo de ensaio e foram adicionados 2 mL do reativo de trabalho do kit glicose oxidase (GOD). Em seguida, as amostras foram condicionadas em banho com aquecimento por 10 minutos a 37 ± 2 °C. Após esse período, os tubos foram resfriados e a absorbância medida em espectrofotômetro a 505 nm, sendo o teor de amido resistente calculado conforme equação (26).

$$\% \text{ AR} = (((\text{Abs}_{\text{am}} * F_{\text{GOD}}) * 0,9) * D) / M * 1000 \quad (26)$$

Onde: Abs_{am}: Absorbância medida dos extrusados; F_{GOD}: Absortividade molar da glicose; D: Diluição das amostras; M: Massa das amostras em mg.

3.4.6 Propriedades de pasta, índice de absorção de água (IAA), índice de solubilidade em água (ISA), poder de inchamento (PI) e solubilidade (SS)

As propriedades de pasta e as determinações do índice de absorção e solubilidade em água, poder de inchamento e solubilidade foram realizadas conforme metodologias descritas nos itens 3.2.16, 3.2.18 e 3.2.19, respectivamente.

3.5 Análise estatística dos dados

Os resultados obtidos no experimento 1 foram submetidos à análise de variância e a comparação das médias foi realizada pelo teste Tukey a 5 % de probabilidade. Posteriormente, os dados foram submetidos à análise de correlação antes e após o processamento pela extrusão. Para melhor entendimento das características dos amidos nativos realizou-se análise de *cluster* dentre as fontes botânicas, identificando as características que aproximam os amidos avaliados. Os dados do

experimento 2 foram submetidos à análise pelo *software* SAS. A significância do modelo foi testada ao nível de 5 % de probabilidade, conforme modelo (27).

$$\text{Modelo utilizado: } y_k = b_0 + \sum_{i=1}^3 b_i x_{ik} + \sum_{i=1}^3 \sum_{j=i}^3 b_{ij} x_{ik} x_{jk} + e_k \quad (27)$$

Onde: y_k = Valor observado da variável dependente no nível K , $K = 1, \dots, 20$; x_{ik} = i -ésima variável independente, no nível K , $i = 1, 2, 3$; b_0 = Parâmetro do modelo, independente de x ; b_i = Parâmetros correspondentes aos efeitos lineares de x_i ; b_{ij} = Parâmetros correspondentes aos efeitos de 2ª ordem de $x_i x_j$, $i = 1, 2, 3$, $j = 1, \dots, 3$; e_k = Erro experimental associado à k -ésima parcela.

Para análise dos dados foi utilizado a opção “*step wise*”, determinando os coeficientes de regressão do modelo incluindo todos os parâmetros (linear, quadrático e a interação). Após o ajuste do modelo, o mesmo foi validado pelo teste F utilizando-se como denominador o quadrado médio do erro puro. Na construção das superfícies de resposta duas variáveis independentes variaram dentro das regiões estudadas e a terceira foi mantida fixa no ponto central.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

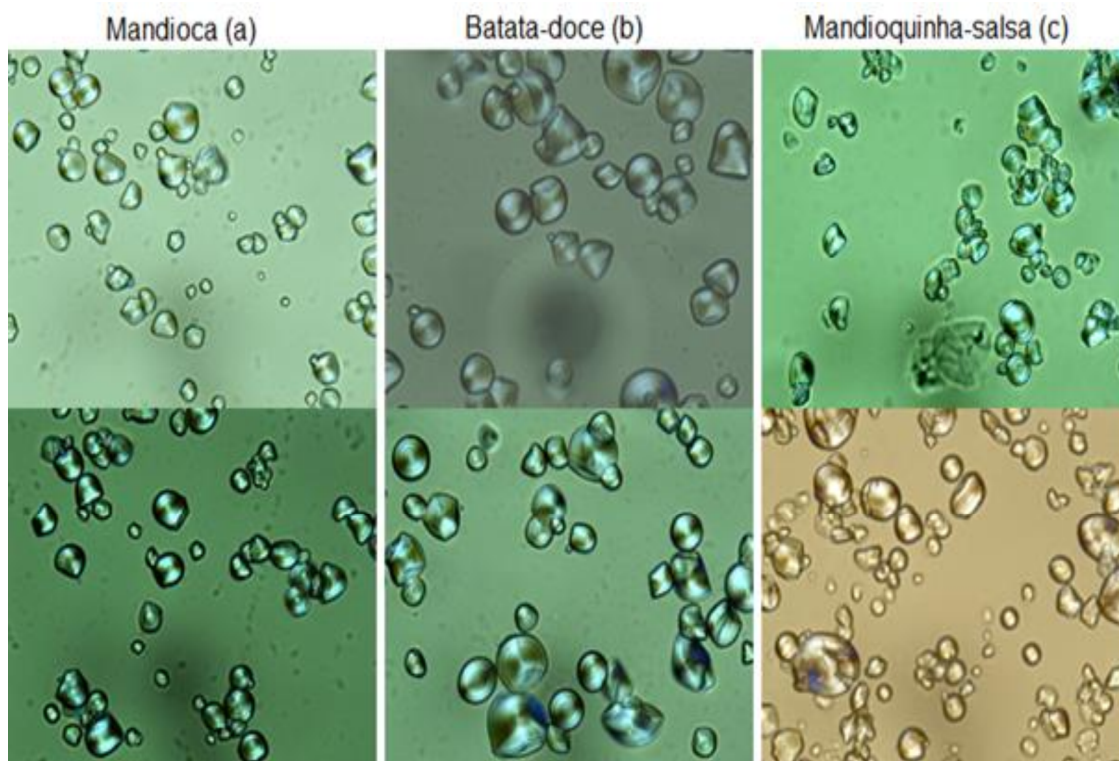
4.1 EXPERIMENTO 1: CARACTERÍSTICAS FÍSICO-QUÍMICAS E TECNOLÓGICAS DOS AMIDOS NATIVOS E MODIFICADOS TERMOPLASTICAMENTE

Neste experimento amidos de mandioca, batata-doce e mandioquinha-salsa foram avaliados sob condições fixas de extrusão para melhor entendimento da influência da modificação sobre as particularidades de cada fonte em estudo.

4.1.1 Morfologia e distribuição de tamanho dos grânulos

As micrografias dos grânulos dos amidos nativos das diferentes fontes botânicas mostraram diversidades de grânulos grandes e pequenos bem distribuídos, conforme apresentado na Figura 13.

Figura 13 - Micrografias dos amidos de mandioca (a); batata-doce (b) e mandioquinha-salsa (c) obtidas em microscópio óptico de luz polarizada

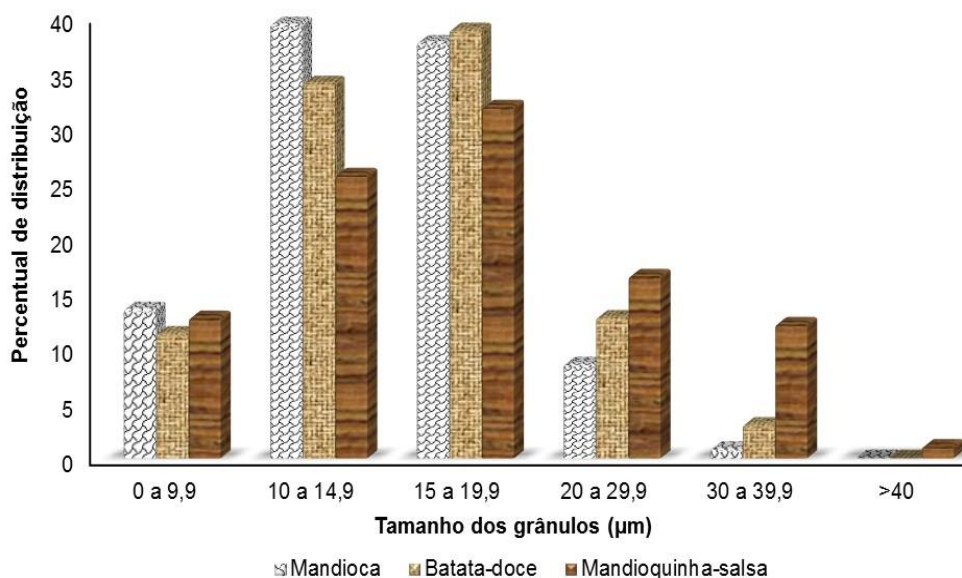


O amido de mandioca apresentou grânulos esféricos e truncados com alguns grânulos côncavo-convexo, superfície lisa com hilo radial centralizado e predominância de grânulos pequenos (Figura 13a). Os grânulos de batata-doce apresentaram-se predominantemente com formatos circulares e alguns ovalados achatados, superfície lisa e isento de ranhuras com hilo localizado majoritariamente ao centro (Figura 13b), concordando com Ren et al. (2010); Campanha e Franco (2011) e Zhang et al. (2013); Rolland-Sabaté et al. (2013) e Huang et al. (2016).

Já o amido de mandioquinha-salsa apresentou formas irregulares, grânulos ovalados, esféricos e alguns grânulos truncados e côncavos com maior presença de grânulos com diâmetro acima de 20 μm . O amido apresentou fissuras na superfície dos grânulos e grandes quantidades de fragmentações (Figura 13c). A fragmentação 'em pedaços menores' pode ser oriunda da maior fragilidade do grânulo de mandioquinha-salsa, sendo o mesmo também relatado por outros autores, Rocha, Demiate e Franco (2008); Campanha e Franco (2011) e Rocha et al. (2011).

De acordo com o perfil de distribuição dos grânulos, todas as raízes avaliadas apresentaram maior percentual de grânulos distribuídos entre 10 a 19,9 μm . Para o amido de mandioca, 77,03 % dos grânulos encontravam-se dentro dessa faixa de distribuição, seguido pelo amido de batata-doce e mandioquinha-salsa com 72,82 % e 57,5 %, respectivamente (Figura 14).

Figura 14 - Perfil de distribuição dos grânulos nativos de mandioca; batata-doce e mandioquinha-salsa



Os tamanhos variaram entre 4,4 a 34,7 μm com diâmetro médio em 14,95 μm para o amido de mandioca. Semelhantemente, o amido de batata-doce apresentou-se próximo à mandioca quanto à distribuição e ao diâmetro médio, 4,4 a 34,7 μm e 15,0 μm , respectivamente. O amido de mandioquinha-salsa apresentou a maior variação entre as fontes estudadas. Os diâmetros variaram entre 4,4 a 52,8 μm com diâmetro médio em 19,86 μm , apresentando maior proporção de grânulos acima de 20 μm .

Segundo classificação de Zhao et al. (2015) os grânulos dos amidos podem ser classificados em grânulos grandes, diâmetros acima de 20 μm com diâmetro médio em 27,6 μm e grânulos pequenos com diâmetros abaixo de 20 μm com diâmetro médio em 14,5 μm , sendo os amidos utilizados no estudo classificados como 'pequenos' segundo o diâmetro médio observado.

Resultados semelhantes foram obtidos por Defloor, Dehing e Delcour (1998) quanto a distribuição para o amido de mandioca. Porém, Charoenkul et al. (2011) e Rolland-Sabate et al. (2012) verificaram diâmetros menores para os grânulos deste amido (8-17 μm e 4,6-23,8 μm , respectivamente) com diâmetro médio semelhante ao verificado neste trabalho, 15 μm , concordando com o reportado por Mishra e Rai (2006); Ceballos et al. (2008); Eke et al. (2009); Gomand et al. (2010); Rolland-Sabate et al. (2013).

Avaliando o amido de batata-doce, Leonel (2007) e Tetchi et al. (2007) verificaram resultados semelhantes aos apresentados com distribuição concentrada na faixa entre 12 a 20 μm e 10 a 25 μm , respectivamente, com diâmetro médio relatado por Tetchi et al. (2007) em 18,7 μm , superior ao observado. Contudo, Abegunde et al. (2013) verificaram grande variabilidade de tamanhos e diâmetros médios em variedades de batata-doce, justificando essa variabilidade de acordo com a sazonalidade e épocas de colheita em que as plantas foram submetidas.

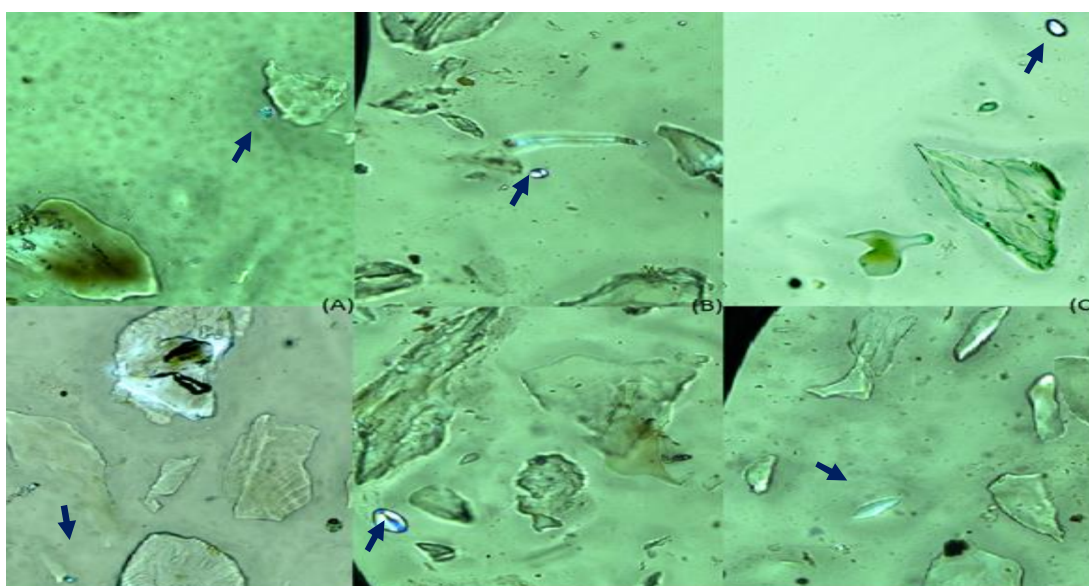
Em raízes de mandioquinha-salsa obtidas no CEAGESP/SP, Leonel e Sarmiento (2008) verificaram distribuição de grânulos entre 7 a 38 μm com predomínio de grânulos na faixa entre 15 a 25 μm , enquanto Rocha, Demiate e Franco (2008) encontraram diâmetro médio menor que os observados.

As variações em tamanho e forma dos grânulos observada podem ser devidas as diferenças entre variedades, estágio de desenvolvimento, forma de tuberação das raízes, entre outras. Contudo, faz-se importante ressaltar a importância desses

parâmetros na aplicabilidade dos amidos, bem como, sua relação com as demais características estruturais e funcionais dos mesmos.

Com a modificação, sendo drásticos os parâmetros adotados no processamento, os amidos das três fontes sofreram gelatinização, conforme observado ao microscópio (Figura 15).

Figura 15 - Micrografias dos amidos modificados de mandioca (a); batata-doce (b) e mandioquinha-salsa (c) obtidas em microscópio óptico de luz polarizada. Destaque para grânulos intactos ao processo



4.1.2 Cristalinidade

A formação da ordem cristalina dos grânulos de amido é influenciada pelo comprimento das cadeias laterais da amilopectina, bem como, sua proporção. A cristalinidade relativa dos amidos nativos ficou em torno de 19 %, não havendo diferença entre as cristalinidades das raízes avaliadas (Tabela 10).

Tabela 10 - Índice de cristalinidade dos amidos nativos

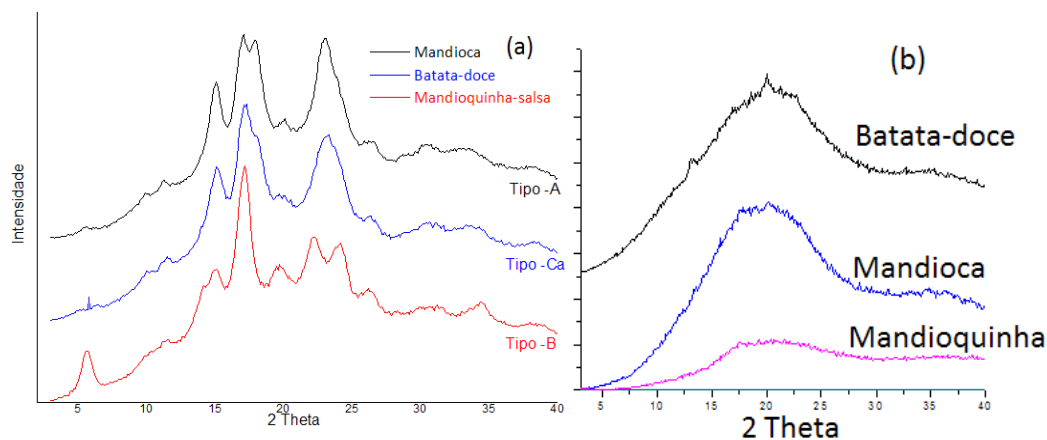
Matéria prima	Área		Índice de Cristalinidade
	Amorfa	Cristalina	
Mandioca	9660,91	2432,05	20,13±0,64 a
Batata-doce	9564,14	2279,20	19,28±1,00 a
Mandioquinha-salsa	9409,89	2216,42	19,12±1,27 a

(±) Desvio padrão. Letras iguais em coluna não diferem estatisticamente pelo Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade.

Resultado semelhante foi verificado por Cavallini e Franco (2010) para o amido de mandioca. Entretanto, Rolland-Sabate et al. (2012) e (2013); Mei et al. (2015) e Maphalla e Emmambux (2016) verificaram cristalinidade entre 25 e 40 %, superiores aos observados neste estudo. Para o amido de batata-doce Huang et al. (2016) verificaram cristalinidade de aproximadamente 38 % em amido oriundo da província de Anhui/China, que segundo os autores, a cristalinidade altera-se significativamente com a variação da umidade e ação do calor. De acordo com Rocha et al. (2011), amidos com maiores proporções de cadeias longas da amilopectina são mais propensos a sofrer com a variação do calor e da umidade.

O padrão de polimorfismo obtido para os amidos de mandioca, batata-doce e mandioquinha-salsa é demonstrado na Figura 16a. O amido de mandioca apresentou picos em 15°, 17°, 18° e 23°, perfil característico de estrutura com maiores proporções de cadeias curtas da amilopectina (DP 6-12), caracterizando o polimorfismo Tipo A, concordando com Gomand et al., 2010; Charoenkul et al., 2011; Zhang et al., 2013; Maphalla; Mei et al., 2015; Emmambux, 2016.

Figura 16 - - Padrão de polimorfismo para os amidos nativos (a) e modificados (b)



Já o amido de batata-doce demonstrou picos em 5,6°, 15°, 17° e 23°, apresentando polimorfismo Tipo C_a, perfil muito semelhante ao Tipo A, corroborando com Huang et al. (2016). O amido de mandioquinha-salsa apresentou padrão de polimorfismo Tipo B, o mesmo foi observado por Rocha, Demiate e Franco (2008); Vieira e Sarmiento (2008); Yoo et al. (2009) e Rocha et al. (2011). O polimorfismo B é caracterizado pela presença de picos em 5,6°, 14°, 17°, 22° e 24°.

Amidos com padrão polimórfico B é característico em materiais com grandes proporções de cadeias longas da amilopectina ($DP > 37$) (JANE, 2006). Em geral, esses amidos tendem a ser mais resistentes ao ataque enzimático e a hidrólise ácida, sendo suas cadeias laterais mais longas, diminui a distância entre as lamelas e aumenta a densidade e a compactação, dificultando a entrada do reagente na molécula.

Em termos de organização estrutural, segundo Denardin e Silva (2009), amidos com polimorfismo A tendem apresentar maior organização estrutural, seguido pelos polimorfos C, B e estrutura gelatinizada, estando intimamente correlacionado com a proporção de cadeias curtas da amilopectina. Contudo, com o processamento pela extrusão os amidos apresentaram perda de cristalinidade, sendo gelatinizados e assumindo estrutura amorfa, como demonstrado na Figura 16b.

4.1.3 Composição físico-química dos amidos nativos

De acordo com a Legislação em vigor no Brasil, RDC nº 263 (BRASIL, 2005), os parâmetros mínimos de qualidade definidos para amidos e seus derivados são: umidade máxima de 18 % (m/m); acidez em mL de solução 1,5 (v/m); teor mínimo de amido de 80 % (m/m) e resíduo mineral fixo em 0,50 % (m/m). As características físico-químicas dos amidos de mandioca, batata-doce e mandioquinha-salsa são apresentadas na Tabela 11.

Tabela 11 - Composição físico-química dos amidos nativos de mandioca, batata-doce e mandioquinha-salsa

Parâmetro	Mandioca	Batata-doce	Mandioquinha-salsa
	----- g 100g ⁻¹ -----		
Umidade	12,83±0,09 b	11,78±0,03 a	17±0,03 c
Amido	94,36±2,24 a	94,98±1,26 a	95,92±1,53 a
Cinzas	0,38±0,07 a	0,06±0,02 b	0,37±0,04 a
Proteína	0,13±0,01 ab	0,15±0,01 a	0,12±0,01 b
Lipídio	0,21±0,02 b	0,07±0,02 c	0,29±0,01 a
Fibra Alimentar	0,08±0,01 b	0,09±0,01 b	0,15±0,02 a
Açúcares Totais	0,19±0,03 a	0,16±0,01 a	0,04±0,01 b
pH	6,65±0,19 a	6,12±0,19 a	6,04±0,03 a
Acidez Titulável	0,66±0,07 a	0,74±0,01 a	0,70±0,01 a

(±) Desvio padrão. Acidez titulável expressa em mL de NaOH 1 mol L⁻¹100 g matéria seca. Letras iguais em linha não diferem estatisticamente pelo Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade.

A caracterização do amido é de fundamental importância, pois a partir de sua constituição determinam-se as melhores aplicações para cada segmento desejado. A pureza do amido relaciona-se com baixos teores dos constituintes menores, como lipídios, cinzas e proteína, que segundo Garcia et al. (2014) os teores dependem dos métodos de extração e purificação do mesmo, além da fonte botânica.

Os amidos utilizados no estudo apresentaram elevado grau de pureza (constituintes menores <1 % (m/m)) demonstrando padrões de qualidade necessários para fins industriais, corroborando com Henrique, Cereda e Sarmiento (2008); Matsuguma et al. (2009); Thao e Noomhorm (2011); Abegunde et al. (2013); Chandanasree; Gul e Riar (2016). Dentre os trabalhos realizados pelos autores, verifica-se pequena variação de composição entre as raízes, principalmente no teor de umidade e amido, demonstrando grande influência da sazonalidade sobre as diferentes fontes botânicas e genótipos utilizados.

4.1.4 Teores de fósforo e amilose

Dentre os constituintes não carboidrato, o fósforo merece atenção especial por interferir nas propriedades tecnológicas dos amidos. Em raízes amiláceas seu teor é relativamente menor, quando comparado ao teor presente em tubérculos como a batata, por exemplo. O teor de fósforo dos amidos nativos, bem como, a influência da extrusão sobre o teor de amilose são apresentados na Tabela 12.

Tabela 12 - Teor de fósforo e teor de amilose no amido nativo e modificado

Amido	Fósforo mg kg ⁻¹	Amilose	
		Nativo -----g 100g ⁻¹ -----	Extrusado
Mandioca	2±0,0 b	20,2±0,32 abA	19,8±0,09 bA
Batata-doce	9±0,0 a	21,7±0,84 aA	21,0±0,30 aA
Mandioquinha-salsa	9±0,0 a	18,8±0,19 bA	16,8±0,25 cB

(±) Desvio padrão. AmL – Amilose. Letras minúsculas iguais em coluna e maiúsculas iguais em linha não diferem estatisticamente pelo Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade.

O teor de fósforo observado para as raízes amiláceas utilizadas no presente estudo encontram-se abaixo dos teores verificados por Peroni, Rocha e Franco (2006); Vieira e Sarmiento (2008); Rocha, Demiate e Franco (2008); Anggraini et al. (2009); Mbougoung et al. (2009) e (2012). Em estudos realizados em amidos de

tubérculos, Noda et al. (2004) e Zhao et al. (2015) verificaram aumento do teor de fósforo com a diminuição do tamanho dos grânulos, não sendo observado o mesmo comportamento nos amidos das raízes utilizadas neste estudo.

O teor de amilose aparente no amido nativo de batata-doce foi superior em relação aos observados nas raízes de mandioca e mandioquinha-salsa. Os resultados encontrados na literatura para o amido de mandioca e mandioquinha-salsa são superiores aos observados, situando-se em torno de 26 % (m/m) de acordo com Peroni, Rocha e Franco (2006); Rocha, Demiate e Franco (2008); Rocha, Carneiro e Franco (2010); Rocha et al. (2011) e Chandanasree, Gul e Riar (2016) e, para o amido de batata-doce, segundo Abegunde et al. (2013) e Lai et al. (2016) o teor varia entre 13 % (m/m) a 37 % (m/m) conforme o local de cultivo.

De modo geral, as variações observadas podem estar associadas às diferentes condições de sazonalidade, metodologias empregadas, métodos utilizados para extração da fração amido e pelas próprias características intrínsecas das raízes, como por exemplo, as distribuições das cadeias curtas da amilopectina e grânulos.

É sabido que durante a extrusão, de acordo com a taxa de cisalhamento, as estruturas de amilose e amilopectina são fragmentadas, ocorrendo perda de organização estrutural e redução do conteúdo de amilose. Entretanto, partes das moléculas fragmentadas da amilopectina, pequenas estruturas lineares estáveis, podem ter interferido nos resultados observados, principalmente nos amidos de mandioca e batata-doce, já que estes fragmentos são comparáveis a amilose em razão da massa molecular e a afinidade com o reagente, superestimando o teor de amilose aparente, corroborando com Liu; Halley; Gilbert (2010); Pérez; Bertoft, (2010); Becker et al. (2013) e Park et al. (2013).

4.1.5 Frações amídicas

De acordo com a taxa digestiva no organismo, o amido pode ser dividido em amido de digestão rápida, lenta e resistente (ENGLYST; KINGMAN; CUMMINGS, 1992). A fração resistente (AR), segundo Lertwanawatana, Frazier e Niranjana (2015) pode ser Tipo 1, que é o amido fisicamente inacessível por estar bloqueado por barreira proteica ou parede celular (sementes); Tipo 2 é o grânulo que não pode ser absorvido pelo intestino delgado (batata, banana verde); Tipo 3 é o oriundo da retrogradação da amilose quando submetido a processos térmicos e o Tipo 4 é o

amido modificado quimicamente tornando-se impossível sua digestão e absorção no intestino delgado. Os teores de AR2 derivado dos amidos nativos e o AR3 do processo de extrusão são demonstrados na Tabela 13.

A fração do amido de digestão rápida (ARD) foi maior para os amidos de mandioca e mandioquinha-salsa, entretanto, não foi verificado diferença estatística entre as fontes para a fração de digestão lenta (ALD). Já para a fração resistente (AR), o amido nativo de batata-doce destacou-se dentre as fontes avaliadas com o maior teor observado, em contrapartida, o amido de mandioca apresentou o menor teor tanto para o amido nativo quanto para o amido modificado por extrusão.

Tabela 13 – Percentual das frações amídicas no amido nativo e a influência da modificação sobre o teor de amido resistente

Fonte	Nativo			Extrusado
	ARD	ALD	AR	AR
Mandioca	40,7±1,2 a	50,0±2,4 a	2,9±0,5 cB	12,59±0,6 cA
Batata-doce	16,9±1,4 b	45,6±2,8 a	32,1±0,7 aA	19,09±1,1 aB
Mandioquinha-salsa	42,3±1,0 a	43,6±1,2 a	6,4±0,3 bB	17,03±1,4 bA

(±) Desvio padrão. ARD – Amido rapidamente digerível; ALD – Amido lentamente digerível; AR – Amido resistente. Letras iguais minúsculas em coluna e letras iguais maiúsculas em linha não diferem estatisticamente pelo Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade.

Resultados divergentes foram verificados por Lertwanawatana, Frazier e Niranjana (2015); Mei et al. (2015); Menon, Padmaja e Sajeev (2015); Simsek et al. (2015), para as frações de digestão rápida e lenta dos amidos de mandioca e batata-doce, porém, semelhantes para a fração resistente. Entretanto, Freitas e Leonel (2008) e Huang et al. (2015) e (2016) reportam teores ainda mais elevados para a fração resistente, variando de 4,15 % para o amido de mandioca até 72 % para o amido de batata-doce. Já o amido de mandioquinha-salsa apresentou índices próximos ao amido de mandioca para as frações de digestão rápida e lenta com maior teor de amido resistente.

Avaliando o percentual de AR, principalmente no amido de mandioca, provavelmente a elevada proporção de cadeias curtas da amilopectina e a predominância de grânulos com diâmetros $\leq 20 \mu\text{m}$ podem ter ocasionado o aparecimento de poros e canais, dilatáveis, na superfície dos grânulos, facilitando a entrada da enzima e maior eficiência no rompimento das ligações glicosídicas, concordando com o relatado por Li et al. (2004) e Lindeboom; Chang e Tyler (2004)

quando estudavam a susceptibilidade do amido com polimorfismo -A, o mesmo observado para o amido de mandioca neste estudo.

Segundo Jane (2006), amidos com polimorfismo -B apresentam elevadas proporções de cadeias longas que diminuem os espaços entre as lamelas, aumentando a resistência quanto a hidrólise. Entretanto, a falha estrutural reportada por diversos autores ao amido de mandioquinha-salsa pode ter aumentado a fragilidade do grânulo, facilitando a entrada da enzima, provocando redução no teor de AR.

Uma hipótese para tal ocorrência é a existência de interações mais frágeis, que a ligação de hidrogênio, ligando os bloquetes e estes com a cadeia principal. Esta particularidade aumentaria a fragilidade, a fragmentação e as fissuras observadas no grânulo, sendo todas estas, caminhos de entrada para ação enzimática, reduzindo o teor de amido resistente e justificando os dados observados.

Após a extrusão, o teor de amido resistente foi incrementado para os amidos de mandioca e mandioquinha-salsa, enquanto no amido de batata-doce houve decréscimo. O aumento no teor de AR nos amidos de mandioca e mandioquinha-salsa pode ser devido ao processo de reaproximação das estruturas lineares de baixa massa molecular, fragmentadas com a extrusão. Durante o resfriamento estas estruturas podem ter se realinhado, devido à alta mobilidade, aderindo certa resistência ao grânulo retrogradado, corroborando com Reschsteiner e Cabello (2007) e Freitas e Leonel (2008).

Durante a extrusão pode ocorrer gelatinização total ou parcial dos grânulos de amido. Contudo, se houver perda intensa e instantânea de umidade na saída da matriz de extrusão, o processo de realinhamento é inibido por falta de mobilidade das estruturas fragmentadas, podendo essa ser a possível causa da redução no teor de amido resistente verificado para o extrusado de batata-doce.

Tem sido sugerido pela literatura que a amilopectina é mais susceptível à degradação pelo cisalhamento que a amilose, devido ao seu tamanho e dimensões de suas ramificações, entretanto, para Liu, Halley e Gilbert (2010) essa questão ainda não foi totalmente lucidada. O que se sabe é que a amilopectina pode fragmentar-se até um tamanho relativo a molécula de amilose e também em cadeias menores, podendo favorecer a reestruturação das moléculas, como observado para os amidos de mandioca e mandioquinha-salsa no presente estudo.

4.1.6 Índices de solubilidade (ISA) e absorção de água (IAA)

Os índices de solubilidade e absorção de água dos amidos são importantes parâmetros ligados à estimativa do comportamento do material, principalmente objetivando uma aplicação como ingrediente na indústria alimentícia (OIKONOMOU; KROKIDA, 2012).

Para o amido nativo de mandioca-salsa não foi possível a determinação do índice de solubilidade em água (ISA) e, entre os amidos de mandioca e batata-doce não foi verificada diferença estatística para a solubilidade. Entretanto, o índice de absorção de água (IAA) do amido de mandioca-salsa sobressaiu-se dentre os amidos avaliados, seguido pelos amidos de batata-doce e mandioca, respectivamente, como demonstrado estatisticamente na Tabela 14.

Tabela 14 - Índices de solubilidade em água (ISA) e absorção de água (IAA) dos amidos nativos e modificados

Fonte	ISA	
	Nativo	Extrusado
Mandioca	1,79±0,45 aB	65,48±3,38 bA
Batata-doce	1,98±0,02 aB	53,48±8,62 cA
Mandioquinha-salsa	nd	81,60±5,37 aA
	IAA	
Mandioca	1,76±0,02 cA	1,99±0,18 bA
Batata-doce	1,86±0,02 bB	3,90±0,43 aA
Mandioquinha-salsa	2,06±0,02 aA	0,86±0,26 cB

(±) Desvio padrão. ISA – g 100 g⁻¹; IAA – g gel g⁻¹. nd – não determinado. Letras minúsculas iguais em coluna e letras maiúsculas iguais em linha não diferem estatisticamente pelo Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade.

Segundo Yang et al. (2008) o índice de solubilidade dos amidos nativos é indicador da degradação dos componentes moleculares, portanto, os baixos índices verificados para os amidos nativos indicam elevada ordem molecular.

A solubilidade e absorção de água pelos amidos nativos são afetados diretamente, segundo Ceballos et al. (2007); Kaur et al. (2007) e Zhao et al. (2011) por características genéticas, intrínsecas e sazonais, sendo exploradas por diversos pesquisadores atualmente. De modo geral os amidos, em consequência das ligações em dupla hélice que ocorrem entre os hidrogênios e as hidroxilas, formam grupos mais ordenados com as cadeias laterais da amilopectina, contribuindo para o

aumento da cristalinidade, ocasionando baixa afinidade com a água em condições ambiente.

Com o processo de extrusão, a ação mecânica exercida sobre os grânulos proporcionou perda de cristalinidade, quebra e lixiviação das cadeias de amilose/amilopectina e conseqüente gelatinização dos amidos nativos. Com isso, a solubilidade em água é favorecida e aumenta consideravelmente em todas as fontes avaliadas, como demonstrado na Tabela 14.

A fragilidade do amido de mandioca-salsa, como já discutido anteriormente, pode ter contribuído para maior degradação sofrida pelo grânulo, provocando o maior índice de solubilidade, enquanto para o amido de batata-doce, menor fragmentação foi observada, podendo ser recorrente ao perfil estrutural do grânulo.

Hipoteticamente, a proporção entre as cadeias longas/curtas, a compactação da estrutura molecular do amido de batata-doce e a maior presença de moléculas de água em seu interior (SARKO; WU, 1978; ZHU; WANG, 2014; LAN et al., 2015), permitiu ao grânulo suportar maiores tensões exercidas pelo cisalhamento, de modo a deformar-se sem rompimento completo das estruturas moleculares, apresentando menor índice de solubilidade e maior capacidade de absorção de água em temperatura ambiente após a modificação.

4.1.7 Poder de inchamento (PI) e solubilidade (SS)

Durante o aquecimento, proporcionado pela modificação irreversível da organização estrutural do grânulo de amido, algumas ligações glicosídicas são rompidas, expondo centros ativos que facilitam a entrada da água. Segundo Copeland et al. (2009), inicialmente a entrada da água ocorre pelas regiões amorfas, provocando um pequeno inchamento pelo estresse gerado entre as lamelas amorfas e cristalinas, possibilitando o aumento da solubilidade e inchamento dos amidos nativos expostos ao aquecimento.

O percentual de solubilidade (SS) para o amido de mandioca-salsa foi mais elevado dentre as raízes avaliadas, diferindo-se apenas do amido de batata-doce, este, porém, não diferiu do teor apresentado pelo amido de mandioca. Na Tabela 15 é demonstrado o comportamento dos grânulos nativos e extrusados frente ao aquecimento. Teores semelhantes foram relatados por Mei et al. (2015), entretanto, Sánchez et al. (2009); Cavallini e Franco (2010); Abegunde et al. (2013); Moraes,

Alves e Franco (2013) e Lai et al. (2016) reportam resultados variando entre 8 a 40 % (m/m), de acordo com genótipos utilizados e diferentes localidades de cultivo das raízes.

Tabela 15 - Solubilidade (SS) e poder de inchamento (PI) dos amidos nativos e modificados

Fonte	SS	
	Nativo	Extrusado
Mandioca	23,85±1,32 abB	100,0±0 aA
Batata-doce	22,05±1,07 bB	100,0±0 aA
Mandioquinha-salsa	26,06±1,28 aB	100,0±0 aA
	PI	
Mandioca	19,36±0,28 b	nd
Batata-doce	25,95±0,92 a	nd
Mandioquinha-salsa	27,54±2,47 a	nd

(±) Desvio padrão. SS – g 100 g⁻¹ e PI – g 100 g⁻¹. nd – não determinado. Letras minúsculas iguais em coluna e letras maiúsculas iguais em linha não diferem estatisticamente pelo Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade.

Quanto ao poder de inchamento, o amido de mandioquinha-salsa apresentou os maiores percentuais seguido pelas raízes de batata-doce, o qual não diferiu estatisticamente, e mandioca (27,54 % (m/m), 25,95 % (m/m) e 19,36 % (m/m), respectivamente). Resultados variando entre 13 a 26 % (m/m) foram relatados por diversos autores, Sánchez et al. (2009); Abegunde et al. (2013); Moraes, Alves e Franco (2013); Chandanasree, Gul e Riar (2016); Huang et al. (2016) e Lai et al. (2016), estando os dados observados neste estudo próximo aos reportados. De acordo com Ceballos et al. (2008), teor elevado de amilose e maior percentual de grânulos pequenos tendem a desenvolver baixos índices de solubilidade e inchamento, corroborando com os resultados observados para as raízes avaliadas.

A baixa presença de fósforo e a maior proporção de grânulos pequenos podem ter contribuído para o inchamento verificado no amido de mandioca. Contudo, segundo Sarko; Wu (1978) e Lan et al. (2015), por apresentar apenas quatro moléculas de água por unidade celular os amidos com polimorfismo –A apresentam elevada compactação, influenciando o inchamento granular, justificando o resultado observado.

Os amidos de mandioquinha-salsa e batata-doce apresentaram os maiores índices de inchamento (Tabela 15). A influência do teor de fósforo e a proporção entre as cadeias de amilose/amilopectina podem ter contribuído para o inchamento

verificado no amido de batata-doce, bem como, a presença das fissuras nos grânulos de mandioca-salsa facilitaram a entrada da água proporcionando o índice observado. Entretanto, segundo Lan et al. (2015) a baixa densidade eletrônica nas lamelas cristalinas em amidos com polimorfismo -B proporciona grande volume livre dentro das lamelas, que absorvem água facilmente, corroborando com a elevação do índice de inchamento.

Em geral, a análise de solubilidade e inchamento ajudam na compreensão das interações que ocorrem entre as moléculas de água e as estruturas nas regiões amorfas e cristalinas durante o aquecimento. Com a elevação da temperatura para 93 ± 2 °C, a solubilidade foi completamente atingida para os amidos modificados, demonstrando que 100 g 100 g⁻¹ de material avaliado foram solubilizados em água e, devido ao completo rompimento das estruturas moleculares não houve sítios ativos para se ligar com a água, reduzindo abruptamente a capacidade de inchar, não sendo possível sua detecção (Tabela 15).

Diversos estudos têm reportado a influência da temperatura sob o perfil de inchamento e solubilidade em materiais amiláceos, citam-se por exemplo, Borba, Sarmiento e Leonel (2005); Leonel et al. (2006); Hagenimana, Ding e Fang (2006); Leonel; Freitas e Mischán (2009); Salata et al. (2014); Vargas-Solórzano et al. (2014); Fiorda et al. (2015) e Cardoso et al. (2015), corroborando com os resultados observados. Entretanto, há carência de informações relacionando o comportamento microestrutural dos grânulos e os coeficientes de solubilidade e absorção dos amidos nativos e modificados, independente da tecnologia empregada, fazendo-se necessários estudos afim de elucidar esta incógnita, ampliando a aplicabilidade dos materiais amiláceos.

4.1.8 Propriedades de pasta dos amidos nativos e modificados

A viscosidade é uma das propriedades mais importantes dos materiais amiláceos, podendo definir sua aplicabilidade, variando consideravelmente entre as fontes botânicas. A curva de viscosidade representa o comportamento do amido durante o ciclo de aquecimento e resfriamento, permitindo avaliar as características da pasta formada pelas modificações moleculares que ocorrem. Os amidos nativos apresentaram perfil característico de raízes tuberosas com elevados índices de

viscosidade máxima e quebra de viscosidade. As propriedades de pasta dos amidos nativos e a influência da modificação por extrusão são apresentados na Tabela 16.

Tabela 16 – Perfil viscoamilográfico dos amidos nativos e modificados

Fonte	Viscosidade Inicial (frio)	
	Nativo	Extrusado
Mandioca	nd	21,9±1,88 a
Batata-doce	nd	16,6±1,12 b
Mandioquinha-salsa	nd	7,1±0,19 c
Viscosidade Máxima (Pico)		
Mandioca	379,4±1,42 cA	22,7±1,75 aB
Batata-doce	468,9±3,41 bA	22,4±1,92 aB
Mandioquinha-salsa	584,2±3,60 aA	9,1±0,54 bB
Quebra de Viscosidade		
Mandioca	215,8±2,40 bA	22,7±1,75 aB
Batata-doce	196,1±1,17 cA	22,4±1,92 aB
Mandioquinha-salsa	383,7±4,85 aA	9,1±0,54 cB
Viscosidade Final		
Mandioca	355,8±12,50 b	nd
Batata-doce	430,0±3,42 aA	8,6±0,67 B
Mandioquinha-salsa	302,9±5,44 c	nd
Tendência a Retrogradação		
Mandioca	192,2±10,75 a	nd
Batata-doce	157,2±4,16 bA	8,6±0,67 B
Mandioquinha-salsa	102,4±7,01 c	nd
Tempo de cocção (min)		
Mandioca	6,5b±0,03 bA	2,2±0,15 cB
Batata-doce	6,6±0,03 aA	2,5±0,16 aB
Mandioquinha-salsa	5,9±0,03 cA	2,4±0,05 bB

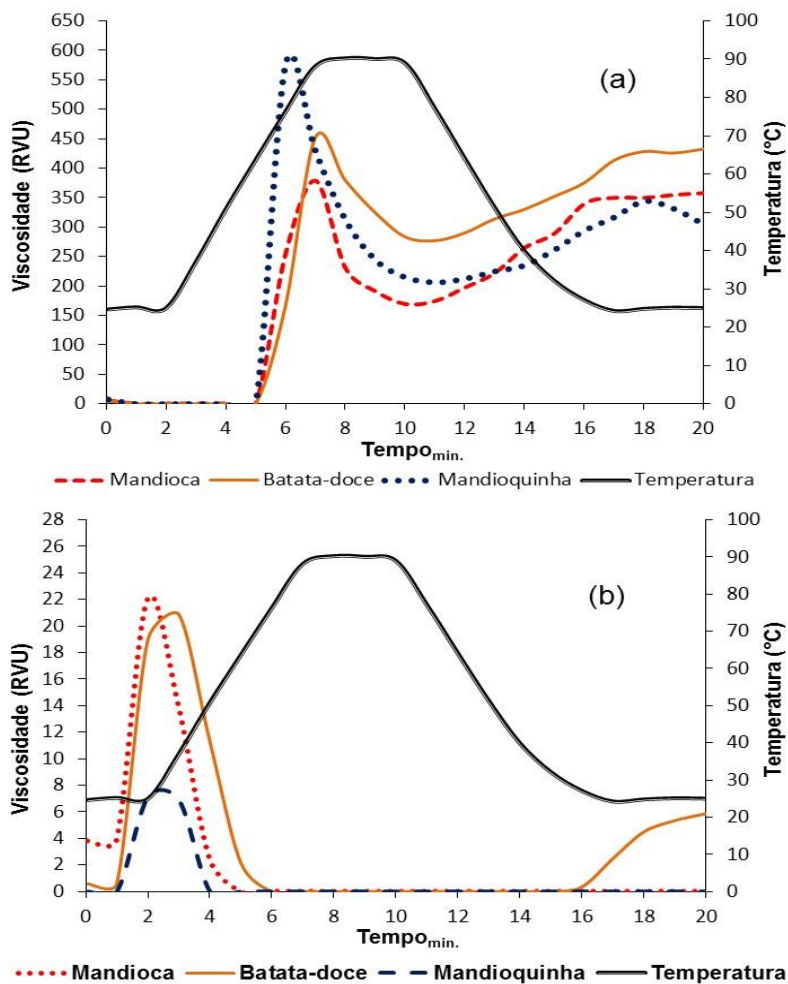
(±) Desvio padrão. Viscosidade expressa em RVU. nd – não determinado. Letras iguais minúsculas em coluna e letras iguais maiúsculas em linha não diferem estatisticamente pelo Teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade.

As propriedades de pasta dos amidos nativos mostraram não ter sido detectada viscosidade inicial (frio) para todas as fontes avaliadas, evidenciando que o processo de obtenção destes não provocou alterações na estrutura molecular do grânulo.

Com relação aos demais parâmetros, o amido de mandioca apresentou o menor pico de viscosidade dentre as fontes avaliadas, baixa resistência ao calor e agitação e elevada tendência a retrogradação, enquanto, o amido de batata-doce demonstrou elevado pico de viscosidade, boa resistência ao calor e agitação e considerável

tendência a retrogradação. Já o amido de mandioquinha-salsa apresentou o maior pico de viscosidade, menor resistência ao calor e agitação e tendência a retrogradação, conforme demonstrado na Figura 17.

Figura 17 - Perfil de viscosidade dos amidos nativos (a) e modificados por extrusão (b)



Entre os amidos avaliados, o amido de mandioquinha-salsa apresentou o maior índice de viscosidade máxima e a maior quebra de viscosidade. Este comportamento pode ser devido a proporção de grânulos com diâmetros acima de 20 μm , bem como, o baixo teor de amilose, a proporção de cadeias longas ($DP > 37$), característico em amidos com polimorfismo -B e ao teor de fósforo ligado as cadeias laterais da amilopectina, aumentando a capacidade hidrofílica do grânulo.

Em contrapartida, a predominância de grânulos pequenos e as maiores proporções de cadeias curtas da amilopectina no amido de mandioca, típico em

polimorfos –A, podem estar relacionados aos baixos índices de viscosidade observado, sendo o mesmo comportamento observado por Jane et al. (2006) e em tubérculos de batata por Noda et al. (2007). Os baixos índices de viscosidade observado para os amidos de mandioca e batata-doce, possivelmente segundo Charles et al. (2016), seja recorrente da presença de alguma barreira (proteica) que bloqueia o acesso ao interior do grânulo e/ou, devido à formação de ligações cruzadas entre a amilopectina/amilose e grânulos parcialmente gelatinizados.

Avaliando a retrogradação dos amidos nativos é possível verificar que o amido de mandioquinha-salsa apresentou a menor tendência em retrogradar. Possivelmente, a presença de fosfato ligado as cadeias da amilopectina, por ser um íon com grande raio atômico, impossibilita a reaproximação das estruturas, controlando a retrogradação. Entretanto, as maiores proporções de cadeias curtas da amilopectina, característicos em amidos com polimorfismos -A e -C_a, após a gelatinização, podem ter favorecido o realinhamento das estruturas, corroborando com os resultados observados para os amidos de mandioca e batata-doce.

O menor tempo observado para gelatinização do amido de mandioquinha-salsa é indício de sua menor resistência à ação mecânica e térmica, tendo sua estrutura facilmente danificada, perde sua cristalinidade, possibilitando o intumescimento do grânulo. Segundo Rocha et al. (2011) as imperfeições contidas na estrutura do grânulo de mandioquinha-salsa corroboram para aumentar sua fragilidade.

Com o processo de extrusão, de acordo com os parâmetros adotados, os grânulos sofrem fragmentações e transformações químicas que permitem que centros ativos absorvam água, favorecendo a solubilidade e absorção de água em temperatura ambiente, já que em condições normais, o grânulo é incapaz de realizar essa tarefa. A maior fragilidade estrutural do amido de mandioquinha-salsa, após a extrusão, pode ter proporcionado a formação de pequenas estruturas de cadeias laterais da amilopectina incapazes de absorver água ou a formação de compostos químicos insolúveis, refletindo na menor viscosidade inicial (frio) observada.

Por outro lado, provavelmente devido à severidade das condições empregadas na modificação, os amidos não resistiram aos parâmetros adotados no processamento, sofrendo redução dos tamanhos dos grânulos e gelatinização, apresentando os amidos de mandioca e mandioquinha-salsa ausência de viscosidade final, concordando com o reportado por Ren et al. (2010); Moraes, Alves e Franco (2013) e Zhang et al. (2013). Contudo, a viscosidade final desenvolvida

pelo amido de batata-doce pode ser decorrente do processo de reaproximação dos fragmentos lineares de cadeias lixiviados, realinhando-se à medida que a temperatura decrescia no sistema, corroborando com Ren et al. (2010) e Zhang et al. (2013).

4.1.9 Propriedades térmicas dos amidos nativos e modificados

Os perfis endotérmicos das fontes amiláceas utilizadas no presente estudo são apresentadas na Tabela 17. O amido de mandioquinha-salsa apresentou o menor perfil térmico (T_0 , T_p e T_f , respectivamente) de gelatinização enquanto as maiores temperaturas foram verificadas para o amido de batata-doce. Temperaturas de transição superiores para os amidos de mandioquinha-salsa e batata-doce foram reportadas por Oliveira et al. (2015), e em genótipos de mandioca tailandesas, temperaturas próximas foram reportadas por Charoenkul et al. (2011).

Tabela 17 – Perfil térmico de gelatinização e percentual de retrogradação dos amidos nativos

Parâmetro	Mandioca	Batata-doce	Mandioquinha-salsa
T_0	59,7±0,10 b	63, 2±0,03 a	56,7±0,13 c
T_p	65,2±0,0 b	67,2 ±0,0 a	60,1±0,07 c
T_f	71,1±0,20 b	71,8±0,10 a	63,7±0,06 c
ΔT	11,40±0,29	8,6±0,03	7,0±0,19
$\Delta H \text{ J g}^{-1}$	13,2±0,57 b	13,5±0,08 b	15,2±0,10 a
% R	38,18±0,85 b	75,2±0,79 a	21,89±0,24 c

(±) Desvio padrão. T_0 – Temperatura inicial; T_p – Temperatura de pico (máxima); T_f – Temperatura final (conclusão); ΔT – Variação de temperatura; ΔH –Variação de entalpia e %R – Percentual de retrogradação. Letras iguais em linha não diferem estatisticamente pelo Teste de Tukey ao nível de 5 % de probabilidade.

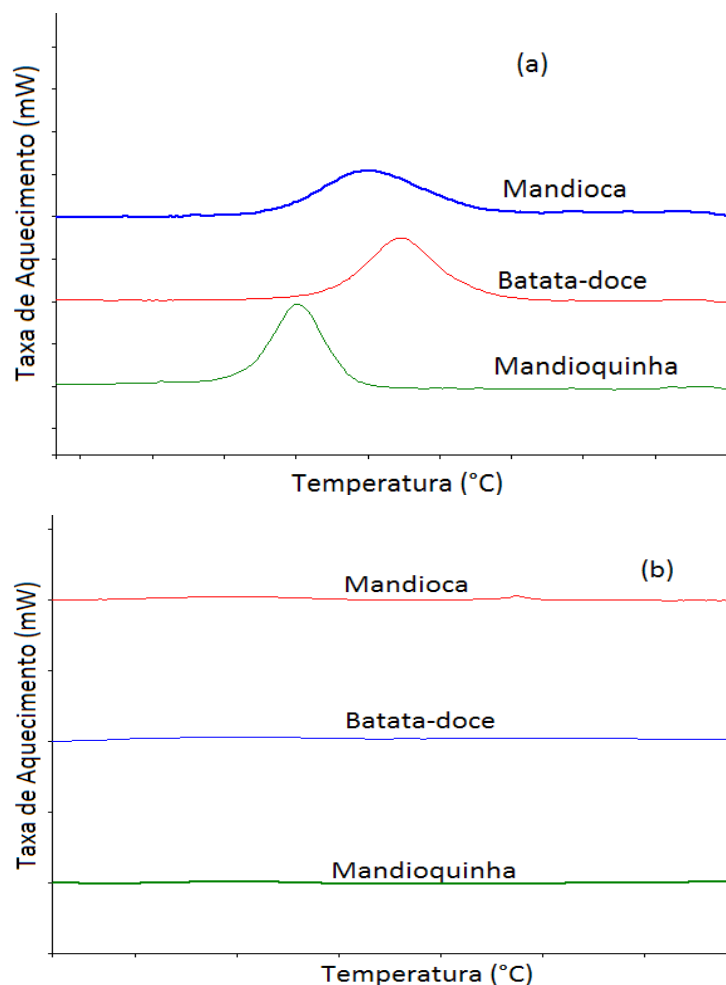
Possivelmente, o maior perfil térmico verificado para o amido de batata-doce seja proveniente de interações que ocorrem entre as cadeias de amilose, uma vez que, segundo Lan et al. (2008) e Jang et al. (2016) possíveis associações podem ocorrer entre as cadeias de amilose/amilose e/ou amilose/amilopectina restringindo a hidratação da lamela amorfa, retardando o inchaço e a gelatinização dos grânulos, uma vez que não houve diferença entre os índices de cristalinidade reportados.

Entretanto, de acordo com Li et al. (2012) e Vallons, Ryan e Arendt (2014) elevadas temperaturas de transição são indícios de maiores proporções cristalinas

e, segundo Gomand et al. (2010) elevadas proporções de cadeias curtas apresentam baixas temperaturas de transição. Porém, o amido de mandioca apresentou transição térmica superior ao amido de mandioquinha-salsa, a maior susceptibilidade devido à falha estrutural e as fissuras presente na superfície do grânulo de mandioquinha-salsa ocasionaram o perfil térmico verificado.

A variação de temperatura observada na gelatinização do amido de mandioquinha-salsa sugere maior perfeição e homogeneidade na estrutura cristalina do grânulo, concordando com Rocha, Demiate e Franco (2008); Rocha et al. (2011) e Moraes, Alves e Franco (2013). Portanto, elevada faixa de transição indica maior heterogeneidade influenciando na estabilidade estrutural, como verificado no perfil endotérmico do amido de mandioca (Figura 18a), corroborando com Campanha e Franco (2011) e Rolland-Sabaté et al. (2013). Conforme os perfis endotérmicos observados, amidos com polimorfismo –C são mais resistentes a gelatinização que os polimorfos –B e –A, corroborando com Lan et al. (2015).

Figura 18 - Perfil endotérmico dos amidos nativos e modificados



A variação de entalpia foi marcante para o amido de mandioca-salsa indicando maior número de ligações em duplas hélices, possivelmente em função da proporção de cadeias laterais longas originando duplas hélices maiores nas regiões cristalinas. Entretanto, não houve diferença entre as entalpias dos amidos de mandioca e batata-doce, onde o aumento das regiões amorfas do grânulo afetou significativamente a energia necessária para romper as duplas hélices, reduzindo a entalpia.

A retrogradação dos amidos nativos foi acentuada para o amido de batata-doce, seguido pelo amido de mandioca e mandioca-salsa. A proporção de cadeias lineares da amilose e o baixo teor de fósforo presente no amido de batata-doce podem ter contribuído para o elevado percentual de retrogradação observado e, devido à esta particularidade, o índice de viscosidade final desenvolvido pode ser em partes justificado pelas reassociações ocorridas durante o resfriamento da pasta, bem como, corroborar com o elevado percentual das frações de digestão lenta e resistente observado.

Após o processamento pela extrusão, como demonstrado na Figura 18b, os amidos apresentaram a integridade cristalina afetada, sendo completamente gelatinizados e, por este motivo, não foi possível a determinação das temperaturas de transição e entalpia dos amidos modificados.

4.1.10 Análise de Correlação

4.1.10.1 Amido de mandioca

A análise de correlação de Pearson para o amido nativo de mandioca é apresentada na Tabela 18. Os resultados obtidos demonstram correlação negativa entre os teores de sólidos solúveis e a fração de amido lentamente digerível, indicando que interações mais resistentes na fração de digestão lenta podem impossibilitar moléculas de água de solvatar o grânulo.

Segundo observado na literatura, grânulos de menor diâmetro proporcionam menor solubilidade, assim, pressupõem-se que os grânulos de digestão lenta são representados pelos grânulos de menor diâmetro, justificando a redução da solubilização.

Tabela 18 - Análise de correlação para o amido nativo de mandioca

Parâmetro	Ø	AmL	P	IC	PI	SS	ARD	ALD	AR	ISA	IAA	VF	PV	QV	FV	TR	T ₀ (gel)	T _p (gel)	T _f (gel)	ΔT(gel)	ΔH(gel)	%R	
Ø	1																						
AmL		1																					
P			1																				
IC				1																			
PI					1																		
SS						1																	
ARD							1																
ALD								1															
AR									1														
ISA										1													
IAA											1												
VF												1											
PV													1										
QV									0,999**					1									
FV															1								
TR																1							
T ₀ (gel)																	1						
T _p (gel)																		1					
T _f (gel)																			1				
ΔT(gel)																				1			
ΔH(gel)																					1		
%R																						1	

Ø – Diâmetro; AmL - Amilose; P – Fósforo; IC – Índice de cristalinidade; PI – Poder de inchamento; SS – Sólidos Solúveis; ARD – Amido rapidamente digerível; ALD – Amido lentamente digerível; AR – Amido resistente; ISA – Índice de solubilidade em água; IAA –Índice de absorção de água; VF – Viscosidade a frio; PV – Viscosidade máxima; QV – Quebra de viscosidade; FV – viscosidade final; TR – Tendência a retrogradação; T₀ – Temperatura inicial de gelatinização; T_p – Temperatura de pico; T_f – Temperatura final de gelatinização; ΔT – Variação de temperatura; ΔH - Variação de entalpia e %R – Percentual de retrogradação. * p≤0,05; ** p≤0,01 e *** p≤0,001.

A medida que ocorre aumento do teor de amido resistente a viscosidade máxima desenvolvida pela pasta de amido tende a aumentar, podendo ocorrer aumento das ligações de hidrogênio intra/intercelular proporcionando maior capacidade dos grânulos em inchar-se sem sofrer rompimento estrutural.

Entretanto, a maior proporção de cadeias curtas e a elevada proporção de grânulos pequenos podem ter ocasionado aumento da superfície específica e diâmetro dos poros, facilitando a entrada da enzima, diminuindo o teor de amido resistente.

Correlação positiva foi observada entre o índice de cristalinidade e a quebra de viscosidade, aumentando a proporção de cadeias curtas e conseqüentemente o grau de organização estrutural a quebra de viscosidade é favorecida.

Com o aumento da degradação a viscosidade final pode ser favorecida devido a facilidade das moléculas de água associarem-se com os sítios ativos fragmentados. Em contrapartida, após a fragmentação dos grânulos, moléculas de amilose são lixiviadas para o meio, sendo majoritariamente as cadeias lineares responsáveis pela reassociação e o baixo teor de fósforo, justificam a correlação entre as frações de digestão rápida e a tendência em retrogradar.

Durante a gelatinização os grânulos mais frágeis são rompidos em primeiro lugar acarretando aumento da entalpia e a variação da temperatura observada. Contudo, a rápida fragmentação desses grânulos resulta em menor energia para fundir os cristais, reduzindo a temperatura inicial e de pico, resultando na correlação negativa observada.

A viscosidade final correlacionou-se positivamente com a tendência em retrogradar, com o aumento da viscosidade, maior taxa de grânulos são fragmentados e maior proporção de moléculas são lixiviadas provocando aumento da tendência em retrogradar.

Ambos os parâmetros foram negativamente correlacionados com a temperatura inicial e positivamente com a temperatura final de gelatinização e as variações de entalpia e de temperatura, indicando que o incremento dos parâmetros provoca aumento da energia necessária para fundir os cristais, devido a possíveis interações que possam ocorrer entre o hidrogênio e as moléculas fragmentadas para o meio.

O percentual de retrogradação foi negativamente correlacionado com o teor de amido resistente e com a viscosidade máxima desenvolvida. A fração resistente do

amido, por apresentar ligações glicosídicas mais resistentes aos ataques enzimáticos não permite que haja ruptura da estrutura, reduzindo o percentual de retrogradação e favorecendo a viscosidade, demonstrando a retrogradação efeito sinérgico sobre a viscosidade desenvolvida.

Com a modificação pela extrusão apenas o teor de amido resistente e o índice de absorção de água correlacionaram-se positivamente ($R^2 = 0,998$, $p \leq 0,05$). Com o processamento, a estrutura do grânulo é rompida e as cadeias fragmentadas são lixiviadas.

Contudo, devido as elevadas proporções de pequenos fragmentos, a reaproximação das moléculas é favorecida e, esta reassociação pode ter proporcionado, devido ao arranjo estrutural 'montado', maior resistência ao grânulo e maior exposição dos sítios ativos, permitindo o inchamento sem romper as reassociações adquiridas.

4.1.10.2 Amido de batata-doce

A correlação de Pearson para o amido nativo e extrusado de batata-doce é apresentada nas Tabelas 19 e 20. O teor de fósforo no amido nativo correlacionou-se positivamente com o índice de solubilidade (ISA) e negativamente com a tendência em retrogradar.

Para que a água possa interagir com os grânulos são necessários que as ligações de hidrogênio sejam rompidas expondo sítios ativos e/ou hajam íons ligados a estrutura orgânica com capacidade hidrofílica.

Sendo o íon fosfato carregado eletricamente e, de acordo com sua geometria estrutural, a característica polar é predominante, o que possibilita que moléculas de água interajam a partir destas extremidades aumentando a solubilidade.

Outro aspecto quanto aos íons fosfatos, por serem íons com grandes raios atômicos, dificultam a reaproximação das estruturas lixiviadas e/ou fragmentadas do grânulo, diminuindo e controlando a retrogradação das moléculas.

De igual modo, a fração de digestão lenta foi negativamente correlacionada com o índice de absorção de água e positivamente correlacionada com a viscosidade máxima.

Tabela 19 - Análise de correlação para o amido nativo de batata-doce

Parâmetro	Ø	A mL	P	IC	PI	SS	ARD	ALD	AR	ISA	IAA	VF	PV	QV	FV	TR	T ₀ (gel)	T _p (gel)	T _f (gel)	ΔT _(gel)	ΔH _(gel)	R%	
Ø	1																						
A mL		1																					
P			1																				
IC				1																			
PI					1																		
SS						1																	
ARD							1																
ALD								1															
AR									1														
ISA			0,999*							1													
IAA											1												
VF												1											
PV													1										
QV														1									
FV															1								
TR																1							
T ₀ (gel)																	1						
T _p (gel)																		1					
T _f (gel)																			1				
ΔT _(gel)																				1			
ΔH _(gel)																					1		
R%																						1**	
																							1
																							-1**
																							-1**
																							1

Ø – Diâmetro; AmL - Amilose; P – Fósforo; IC – Índice de inchamento; PI – Poder de inchamento; SS – Sólidos Solúveis; ARD – Amido rapidamente digerível; ALD – Amido lentamente digerível; AR – Amido resistente; ISA – Índice de solubilidade em água; IAA – Índice de absorção de água; VF – Viscosidade a frio; PV – Viscosidade máxima; QV – Quebra de viscosidade; FV – viscosidade final; TR – Tendência a retrogradação; T₀ – Temperatura inicial de gelatinização; T_p – Temperatura de pico; T_f – Temperatura final de gelatinização; ΔT – Variação de temperatura; ΔH - Variação de entalpia e %R – Percentual de retrogradação. * p≤0,05; ** p≤0,01 e *** p≤0,001.

O teor da fração de digestão lenta e resistente do amido de batata-doce, possivelmente, há maior proporção de cadeias longas reduzem os espaços entre as lamelas amorfas e cristalinas, deixando os grânulos mais coesos e, desta forma, as ligações de hidrogênio são lentamente rompidas provocando uma diminuição na absorção de água.

Contudo, maiores percentuais de grânulos mais resistentes estruturalmente permitem que moléculas de água sejam percoladas para seu interior e, suportando maior tensão durante o inchamento, desenvolve elevada viscosidade.

A viscosidade máxima foi negativamente correlacionada com o índice de absorção de água, bem como, a tendência em retrogradar com o índice de solubilidade em água.

Possivelmente, a correlação verificada entre a viscosidade máxima e o índice de absorção de água seja proveniente da fração de amido rapidamente digerível. A medida que a fração perde sua organização estrutural o inchamento é inibido e sítios ativos são expostos. Já quanto maior for a integridade estrutural do amido, menor será a quantidade de moléculas lixiviadas que poderiam se reaproximar após a fragmentação, diminuindo a tendência em retrogradar.

O percentual de retrogradação foi correlacionado positivamente com a temperatura inicial de gelatinização e negativamente com as variações de temperatura e entalpia.

Conforme a temperatura de gelatinização aumenta, ligações de hidrogênio são rompidas e moléculas são dispersas ao meio, quando a temperatura começa a reduzir, ocorre reaproximação das estruturas fragmentadas o que acarreta a elevação do percentual de retrogradação.

Contudo, as cadeias longas da amilopectina favoreceram o aumento da perfeição cristalina e homogeneidade dos cristais, resultando na elevação da energia térmica e na redução do percentual de retrogradação.

Após a modificação pela extrusão, com a degradação do amido, o índice de absorção de água é incrementado enquanto a cristalinidade relativa do material sofre redução, conforme apresentado na Tabela 20. A medida que o grânulo perde sua orientação estrutural, a fragmentação expõe sítios ativos, possibilitando o aumento da absorção de água.

Tabela 20 - Análise de correlação para o amido modificado de batata-doce

Parâmetro	Ø	AmL	P	IC	PI	SS	AR	ISA	IAA	VF	PV	QV	FV	TR
Ø	1													
AmL		1												
P			1											
IC				1					-0,999*					
PI					1									
SS						1								
AR							1							
ISA								1						
IAA									1					
VF										1				
PV											1	1***	0,997*	0,997*
QV												1	0,997*	0,997*
FV													1	1***
TR														1

Ø – Diâmetro; AmL - Amilose; P – Fósforo; IC – Índice de cristalinidade; PI – Poder de inchamento; SS – Sólidos Solúveis; ARD – Amido rapidamente digerível; ALD – Amido lentamente digerível; AR – Amido resistente; ISA – Índice de solubilidade em água; IAA –Índice de absorção de água; VF – Viscosidade a frio; PV – viscosidade máxima; QV – Quebra de viscosidade; FV – viscosidade final; TR – Tendência a retrogradação. * ps<0,05; ** ps<0,01 e *** ps<0,001.

A viscosidade máxima do amido modificado de batata-doce correlacionou-se positivamente com a quebra de viscosidade, viscosidade final e a tendência em retrogradar, bem como, a quebra de viscosidade correlacionou-se com a viscosidade final e a tendência em retrogradar.

A medida que a viscosidade aumenta, até o ponto em que as estruturas se rompem, a quebra de viscosidade também é incrementada ao mesmo nível a ponto de anular a viscosidade que deveria ser desenvolvida no produto acabado.

Do mesmo modo, com a quebra de viscosidade, as estruturas fragmentadas para o meio provocam aumento do índice de retrogradação, podendo se realinhar, adquirindo certa cristalinidade a ponto de desenvolver viscosidade novamente.

4.1.10.3 Amido de mandioquinha-salsa

A análise de correlação de Pearson para o amido nativo e extrusado de mandioquinha-salsa é apresentada nas Tabelas 21 e 22.

O diâmetro dos grânulos correlacionou-se positivamente com a fração de digestão lenta. Possivelmente a maior proporção de grânulos com diâmetro acima de 20 μm , afetou a distribuição entre as lamelas, possibilitando maior número de duplas hélices, atribuindo maior resistência ao grânulo.

O teor de fósforo foi negativamente correlacionado com o teor de amido resistente e positivamente com o índice de absorção de água. Já o teor de amido resistente correlacionou-se negativamente com o índice de absorção de água.

Com a fixação de íons fosfato nas cadeias, cargas elétricas são aderidas ao grânulo e, em consequência, ligações com a água podem ocorrer influenciando o índice de absorção.

Contudo, o íon fosfato impede que outras cadeias possam se aproximar, diminuindo a superfície de contato e, desta forma, as interações intermoleculares entre as estruturas são afetadas negativamente ocasionando redução do teor de amido resistente e controle da taxa de retrogradação.

O percentual de sólidos solúveis foi correlacionado negativamente com a viscosidade máxima, bem como, o poder de inchamento com a viscosidade final e a tendência em retrogradar.

Tabela 21 - Análise de correlação para o amido nativo de mandiocquinha-salsa

Parâmetro	Ø	A mL	P	IC	PI	SS	ARD	ALD	AR	ISA	IAA	VF	PV	QV	FV	TR	T ₀ (gel)	T _p (gel)	T _f (gel)	ΔT _(gel)	ΔH _(gel)	R%		
Ø	1																							
A mL		1																						
P			1																					
IC				1																				
PI					1																			
SS						1																		
ARD							1																	
ALD								1																
AR									1															
ISA										1														
IAA											1													
VF												1												
PV													1											
QV														1										
FV															1									
TR																1								
T ₀ (gel)																	1							
T _p (gel)																		1						
T _f (gel)																			1					
ΔT _(gel)																				1				
ΔH _(gel)																					1			
R%																						1		

Ø – Diâmetro; AmL - Amilose; P – Fósforo; IC – Índice de cristalinidade; PI – Poder de inchamento; SS – Sólidos Solúveis; ARD – Amido rapidamente digerível; ALD – Amido lentamente digerível; AR – Amido resistente; ISA – Índice de solubilidade em água; IAA – Índice de absorção de água; VF – Viscosidade a frio; PV – viscosidade máxima; QV – Quebra de viscosidade; FV – viscosidade final; TR – Tendência a retrogradação; T₀ – Temperatura inicial de gelatinização; T_p – Temperatura de pico; T_f – Temperatura final de gelatinização; ΔT – Variação de temperatura; ΔH – Variação de entalpia e %R – Percentual de retrogradação. * p≤0,05; ** p≤0,01 e *** p≤0,001.

A medida que os grânulos são solubilizados ocorre perda de cristalinidade pelo rompimento das estruturas, com isso os grânulos ficam impossibilitados de absorver água e inchar, afetando a viscosidade desenvolvida pela pasta de amido. Em paralelo, com o inchamento dos grânulos a viscosidade final é reduzida, pois quanto maior for o inchamento maior será a tensão intra/intermolecular a qual os grânulos serão submetidos, em consequência, a quebra de viscosidade é favorecida resultando em baixo índice de viscosidade final.

As temperaturas inicial e de pico durante a gelatinização foram positivamente correlacionadas, em contrapartida a temperatura final foi negativamente correlacionada com a entalpia de gelatinização.

A maior taxa de cadeias longas da amilopectina proporcionaram elevação das temperaturas de gelatinização devido a maior proporção de duplas hélices existentes, refletindo diretamente na entalpia e no perfil térmico observado.

O percentual de retrogradação correlacionou-se negativamente com as temperaturas inicial e de pico e positivamente com a temperatura final de gelatinização, variação de temperatura e entalpia.

A medida que o percentual de retrogradação aumenta a temperatura inicial e de pico é reduzida, em contrapartida, a reaproximação das moléculas pode proporcionar aumento da perfeição cristalina, influenciando a entalpia.

Com o processo de extrusão, possivelmente a fragilidade do amido de mandioquinha-salsa, expôs moléculas de amilose e/ou fragmentos de moléculas que sofreram solvatação por moléculas de água, possibilitando a elevação do índice de solubilidade.

Em contrapartida, aumentando a organização estrutural do grânulo, este, fica menos susceptível a fragmentação e, portanto, menor índice de solubilidade é observado, como verificado na correlação.

As maiores proporções de cadeias longas da amilopectina, após o processamento, fragmentam-se em grandes quantidades de cadeias curtas, favorecendo a reaproximação das estruturas, podendo conferir resistência e estabilidade frente a hidratação e inchamento ao grânulo, em contrapartida, a quebra de viscosidade também é incrementada com o aumento da viscosidade máxima, conforme demonstrado na Tabela 22.

Tabela 22 - Análise de correlação para o amido modificado de mandioca-salsa

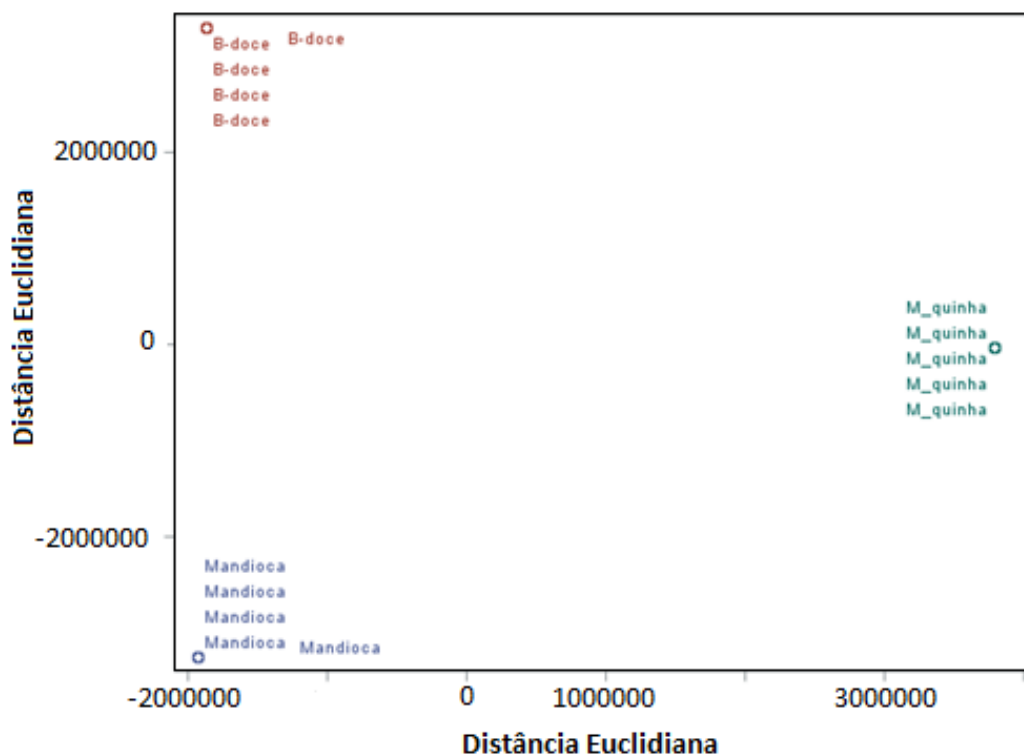
Parâmetro	Ø	AmL	P	IC	PI	SS	AR	ISA	IAA	VF	PV	QV	FV	TR
Ø	1													
AmL		1												
P			1											
IC				1										
PI					1									
SS						1								
AR							1							
ISA		0,999*		-0,998*				1						
IAA									1					
VF										1				
PV							0,999*				1			
QV							0,999*					1		
FV													1	
TR														1

Ø – Diâmetro; AmL - Amilose; P – Fósforo; IC – Índice de cristalinidade; PI – Poder de inchamento; SS – Sólidos Solúveis; AR – Amido resistente; ISA – Índice de solubilidade em água; IAA –Índice de absorção de água; VF – Viscosidade a frio; PV – Viscosidade máxima; QV – Quebra de viscosidade; FV – viscosidade final; TR – Tendência a retrogradação. * ps<0,05; ** ps<0,01 e *** ps<0,001.

4.1.11 Análise de *cluster*

A análise multivariada de agrupamento hierárquico, o qual interliga as amostras por suas associações, demonstrou dissimilaridade entre as fontes avaliadas. Com base nos parâmetros analisados, o amido de mandioca apresenta características que as proporcionam maior similaridade com os amidos de batata-doce e mandioca e, maior dissimilaridade entre os amidos de batata-doce e mandioca foram verificadas, conforme demonstrado na Figura 19.

Figura 19 - Avaliação da distância euclidiana entre as fontes botânicas avaliadas



Avaliando o grau de dissimilaridade existente entre as fontes botânicas (Tabela 23), proporcionado pelos parâmetros analisados, verifica-se que o diâmetro médio dos grânulos, o teor de amido resistente e o percentual de retrogradação são os índices com maior contribuição para o distanciamento dos amidos utilizados neste estudo e, em contrapartida, o índice de cristalinidade não apresenta influência na dissimilaridade.

De acordo com os dados observados, o parâmetro 'diâmetro médio dos grânulos' é o principal fator de distinção entre os amidos, seguido pelo percentual de retrogradação e teor de amido resistente.

Tabela 23 - Grau de dissimilaridade entre as fontes utilizadas no estudo

Parâmetros	R²	F_{calc.}	Pr > F
Ø	0,9998	29999,4	<,0001
amL	0,9439	101,0	<,0001
P	0,9430	99,3	<,0001
IC	0,2166	1,7	0,2311
PI	0,8524	34,7	<,0001
SS	0,6612	11,7	0,0015
ARD	0,9905	625,1	<,0001
ALD	0,5996	9,0	0,0041
AR	0,9981	3203,7	<,0001
ISA	0,9568	132,8	<,0001
IAA	0,9666	173,8	<,0001
PV	0,9868	447,7	<,0001
QV	0,9799	292,0	<,0001
VF	0,9507	115,7	<,0001
TR	0,9087	59,7	<,0001
T_o	0,9709	200,2	<,0001
T_p	0,9562	131,0	<,0001
T_f	0,9261	75,2	<,0001
ΔT	0,9934	898,4	<,0001
ΔH	0,4827	5,60	0,0192
R%	0,9989	5502,67	<,0001

Ø - Diâmetro; amL – amilose; P – fósforo; IC – índice de cristalinidade; PI – poder de inchamento; SS – sólidos solúveis; ARD – amido rapidamente digerível; ALD – amido lentamente digerível; AR – amido resistente; ISA – índice de solubilidade em água; IAA – índice de absorção de água; PV – viscosidade máxima (pico); QV – quebra de viscosidade; VF – viscosidade final; TR – tendência em retrogradar; T_o, T_p e T_f – temperaturas inicial, pico e final de gelatinização, respectivamente; ΔT – variação de temperatura; ΔH – variação de entalpia de gelatinização; R% - percentual de retrogradação.

Ao contrário do que se imagina e devido à sua grande importância no segmento industrial, a variação de entalpia, que se relaciona com o tamanho das cadeias laterais da amilopectina, aparentemente não demonstrou papel fundamental na dissimilaridade entre as fontes estudadas, sendo esta importante informação na aplicabilidade de materiais amiláceos.

As informações obtidas com o grau de dissimilaridade entre as fontes estudadas, corroboram com os resultados observados, principalmente com o perfil térmico por

exemplo, onde observa-se as maiores temperaturas de transição e percentual de retrogradação para o amido de batata-doce.

O conhecimento dos parâmetros de similaridade entre as mais variadas fontes de amido, tornam-se importantes contribuições para os segmentos industriais diversos, possibilitando a substituição da fonte utilizada pela indústria por uma com melhores características tecnológicas sem que haja grandes despendimentos industriais na planta de processamento.

4.1.12 Considerações

Os amidos nativos avaliados apresentaram elevado grau de pureza e baixo teor de fósforo. O amido de mandioca apresentou grânulos esféricos com alguns grânulos truncados e côncavo-convexo, com superfície lisa e sem ranhuras. O amido de batata-doce, grânulos circulares, ovalados achatados, superfície lisa e livre de ranhuras e o grânulo de mandioquinha-salsa apresentou formas variadas e irregulares com superfície fragmentada cheia de fissuras.

O perfil de distribuição dos amidos ficou entre 10 a 19,9 μm em sua totalidade, destacando o amido de mandioca com 77,03 %. O diâmetro médio dos grânulos foi de 15 μm para mandioca e batata-doce e 19,9 μm para mandioquinha-salsa. O perfil polimórfico verificado respectivamente, -A, -Ca e B com maior grau de homogeneidade e perfeição cristalina para o amido de mandioquinha-salsa.

O teor de amilose foi maior para o amido de batata-doce e, após a extrusão, o teor não foi significativamente afetado, exceto para o amido de mandioquinha-salsa. O teor de amido resistente (AR) sobressaiu-se para o amido nativo de batata-doce, após a modificação, o conteúdo nos amidos foram incrementados. O índice de solubilidade em água (ISA) foi consideravelmente favorecido com o processamento (100 % (m/m)), enquanto o IAA, não demonstrou grandes alterações.

O índice de viscosidade máxima foi acentuado para o amido nativo de mandioquinha-salsa com maior tendência em retrogradar verificada para o amido de mandioca. Após a extrusão, o índice de viscosidade a frio foi observado em ordem decrescente para os amidos de mandioca, batata-doce e mandioquinha-salsa com maior percentual de retrogradação verificado para o amido de batata-doce.

4.2 EXPERIMENTO 2: ENSAIO 1 – EFEITO DAS CONDIÇÕES DE EXTRUSÃO SOBRE AS CARACTERÍSTICAS FÍSICO-QUÍMICAS DO AMIDO DE MANDIOCA

Diante da modificação realizada ao amido nativo, de acordo com os parâmetros adotados no processo, o amido de mandioca sofreu influência das condições adotadas em diversas das características, conforme demonstrado na Tabela 24. Para melhor entendimento da influência de cada variável sobre as características avaliadas, estas apresentar-se-ão de forma separada.

Tabela 24 - Equações estimadas e ANOVA para os parâmetros de qualidade e tecnológicos do amido modificado de mandioca

Parâmetro	Equação	R ²	Pr > F
IAA	$1,97+0,32U+0,16T^2+0,13RR^2$	0,84	0,0056
ISA	Não preditiva	0,33	0,8107
AR	Não preditiva	0,42	0,6213
V.E.	$5,01+1,03T$	0,56	0,2883
I.E.	$7,48+0,55T-1,28U-0,29U^2+0,35U*RR$	0,94	<,0001
D	$138,4+96,53U+41,38U^2-24,89U*RR$	0,94	<,0001
L*	$81,89-1,61U-1,71U^2$	0,71	0,0654
a*	$3,15+0,31U+0,25U^2$	0,71	0,0626
b*	$11,74+0,96T+0,64T^2+1,13U^2$	0,83	0,0078
°h	$74,87+0,90T-0,58U+0,57RR^2$	0,79	0,0187
C*	$12,15+0,94T+1,14U^2$	0,77	0,0244
VI	$21,71+9,04T+16,33U+3,23RR^2+6,29T*U$	0,97	<,0001
PV	$21,82+12,37T+19,67U+3,60U^2+3,0RR^2+7,86T*U$	0,98	<,0001
QV	$21,82+12,37T+19,67U+3,60U^2+3,0RR^2+7,86T*U$	0,98	<,0001

IAA – índice de absorção de água; ISA – índice de solubilidade em água; AR – amido resistente; V.E. – volume específico; I.E. – índice de expansão; D – dureza; L* - luminosidade; a* e b* - pigmentos de cor; °h –saturação de cor; C* - intensidade de cor; VI – viscosidade inicial a frio; PV – viscosidade máxima; QV – quebra de viscosidade; U – umidade; T – temperatura; RR – rotação da rosca.

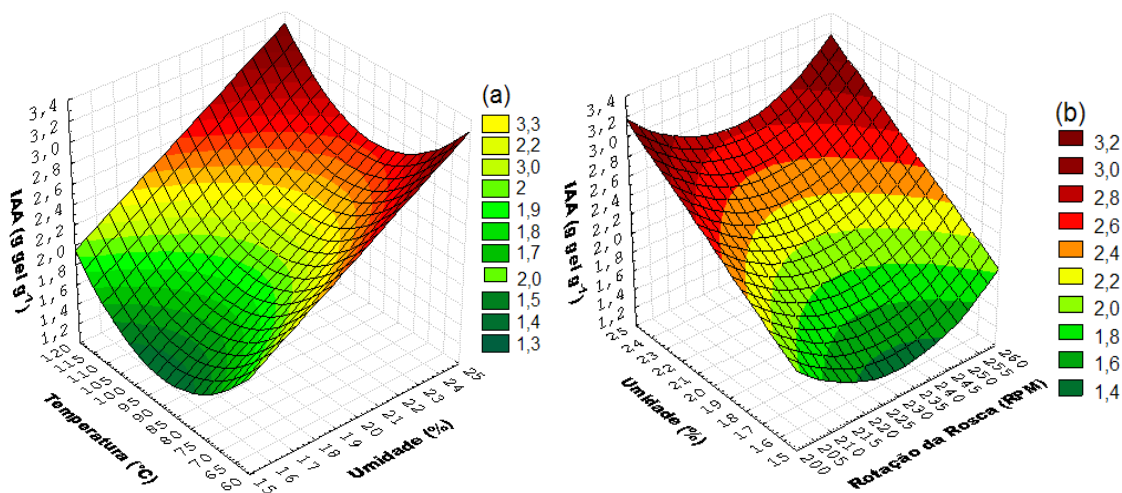
4.2.1 Índice de absorção de água (IAA) e índice de solubilidade em água (ISA) dos extrusados de mandioca

O índice de absorção de água variou entre 1,43 a 2,96 g gel g⁻¹, apresentando efeito significativo linear positivo da umidade e quadrático positivo da temperatura e rotação da rosca. Os maiores índices de absorção foram obtidos em condições de elevada temperatura, umidade e rotação da rosca, tais condições proporcionaram

maior gelatinização e/ou fragmentação do grânulo de amido e, grânulos danificados absorvem mais água devido a exposição de centros absorventes, conforme demonstrado na Figura 20, corroborando com Leonel; Freitas e Mischan (2009) e Fiorda et al. (2015) que também reportam influência dos parâmetros sobre o índice de absorção de água (IAA).

Avaliando o índice de solubilidade (ISA) do amido antes do processo de extrusão (1,79 % m/m) verifica-se incremento de solubilidade com o processamento, indicando elevado grau de severidade independentemente das condições operacionais testadas. Contudo, não foi possível observar efeito dos parâmetros isolados sobre a solubilidade dos extrusados (Tabela 24), concordando com Leonel; Freitas e Mischan (2009).

Figura 20 - Índice de absorção de água (IAA) do amido modificado de mandioca influenciado pelos parâmetros de extrusão



4.2.2 Teor de amido resistente (AR) dos extrusados de mandioca

O teor de amido resistente nos extrusados variou entre 6,6 % m/m a 16,3 % m/m, sendo o maior teor obtido em temperatura e rotação da rosca em condições medianas de operação e baixa umidade, condições próximas as reportadas por Freitas e Leonel (2008). Entretanto, como apresentado na Tabela 24, independente das condições operacionais adotadas o teor de amido resistente foi inalterado e, a equação obtida demonstrou não ser satisfatória, necessitando de ajustes ($p \geq 0,05$ – $R^2 = 0,42$).

Antecedendo a modificação o amido de mandioca apresentava 2,9 % (m/m) AR e 50 % (m/m) ALD, com a extrusão e a fragmentação das cadeias de amido, fragmentos com baixa massa molecular e elevada mobilidade foram formados, favorecendo a reestruturação e, as interações proporcionadas por estas estruturas, beneficiadas por sua geometria, possivelmente favoreceram o incremento do teor de amido resistente observado, que segundo Lertwanawatana, Frazier e Niranjana (2015) a fragmentação das cadeias glicosídicas conciliada a alta pressão favorecem a formação de AR3.

Diante do exposto é benéfico dizer que as condições operacionais do extrusor irão influenciar diretamente, seja positivamente ou negativamente, o conteúdo de amido resistente no amido de mandioca.

4.2.3 Volume específico (VE), índice de expansão (IE) e dureza (D) dos extrusados de mandioca

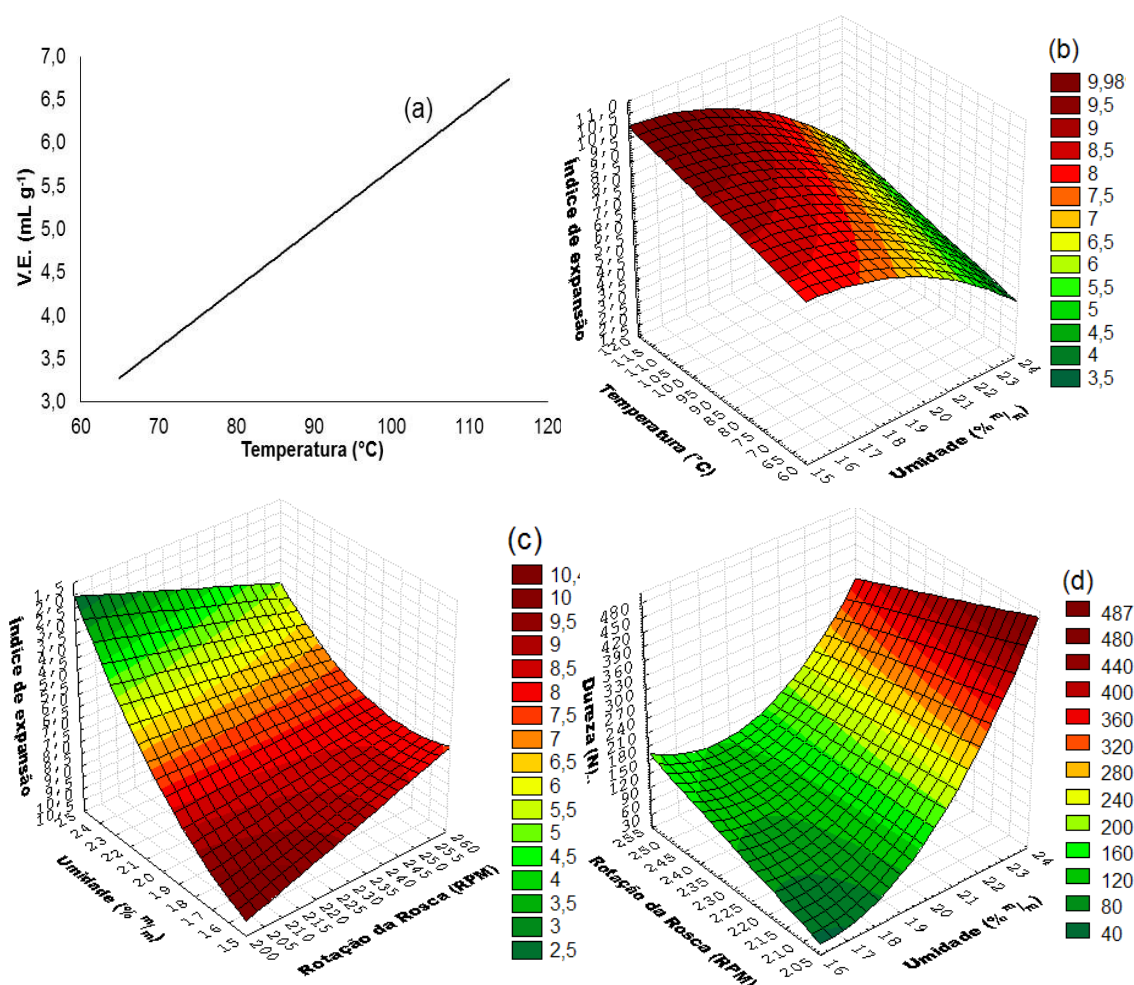
O volume específico (VE) dos extrusados variou entre 3,28 a 6,74 mL g^{-1} , obtendo-se os maiores volumes em altas temperaturas, apresentando efeito linear positivo da temperatura (Tabela 24). Resultados próximos foram observados por Trombini, Leonel e Mischan (2013) em extrusados a base de farinha de soja, amido de mandioca e farelo de mandioca.

Fixando a rotação da rosca e a umidade nas condições centrais de extrusão (230 rpm e 20 % (m/m), respectivamente) o volume específico eleva-se à medida que a temperatura aumenta (Figura 21a), corroborando com Souza, Leonel e Mischan (2007); Leonel, Freitas e Mischan (2009) e Salata et al. (2014), entretanto, os autores também verificaram efeito da umidade sobre o índice. De acordo com o observado é possível verificar que a característica da matéria prima conciliada aos parâmetros adotados na modificação, inferem diretamente sobre o volume específico, positivamente e/ou negativamente.

O índice de expansão variou entre 3,5 a 9,8 % (m/m), demonstrando influência linear positiva e negativa da temperatura e umidade, respectivamente, quadrática negativa da umidade e interação positiva entre os fatores umidade e rotação da rosca (Tabela 24) que, segundo Ferreira et al. (2012), quanto maior o índice de expansão, melhor será a textura dos produtos extrusados.

Segundo Singh, Gamilath e Wakeling (2007) alimentos com baixa umidade tendem apresentar fluido mais viscoso e elevado diferencial de pressão, devido a maior retenção de bolhas de ar pelo fluido, proporciona maior expansão, corroborando com o crescimento exponencial verificado com umidade em 16 % (m/m) até temperatura de 115 °C e, temperatura em 90 °C, sob baixa umidade e rotação da rosca (Figuras 21b e 21c, respectivamente), colaborando com Vernaza, Chang e Steel (2009); Lustosa, Leonel e Mischan (2010) e Spinello et al. (2014).

Figura 21 - Volume específico (a), índice de expansão (b, c) e dureza (d) do amido modificado de mandioca influenciado pelos parâmetros de extrusão



Segundo observado por Ding et al. (2005) elevadas umidades podem modificar a estrutura da amilopectina reduzindo a elasticidade e, portanto, diminuir a expansão, tornando o índice inversamente proporcional ao teor de umidade.

A dureza dos extrusados variou entre 22,11 a 487,83 N, verificando efeito linear e quadrático positivo da umidade e interação negativa entre a umidade e a rotação da rosca sobre o parâmetro (Tabela 24), obtendo-se os maiores índices de dureza sob extremos de rotação da rosca com umidade em 24 % (m/m) (Figura 21d).

Inversamente e colaborando com o observado ao índice de expansão, a umidade favorece a dureza dos extrusados, sendo a massa mais densa e menos viscosa, impede a formação de bolhas pela presença de moléculas de água no interior do canhão, a diferença de pressão existente entre o interior e exterior da matriz de extrusão, ao sair do fluido, possibilita a evaporação instantânea das moléculas de água, tornando o produto mais denso e conseqüentemente mais rígido.

Sendo o parâmetro dureza de extrema importância na qualidade dos produtos, extrusados com menor dureza foram obtidos em condições de baixa umidade na condição central de temperatura (90 °C) e rotação da rosca em 205 rpm, concordando com Lustosa, Leonel e Mischan (2010) e Ferreira, Chang e Steel (2011), porém, contrário ao verificado por Spinello et al. (2014), onde citam-se produtos com menor dureza sob condições de elevada umidade e baixa temperatura de extrusão, podendo tal comportamento ser devido as características da matéria-prima adotada pelos autores.

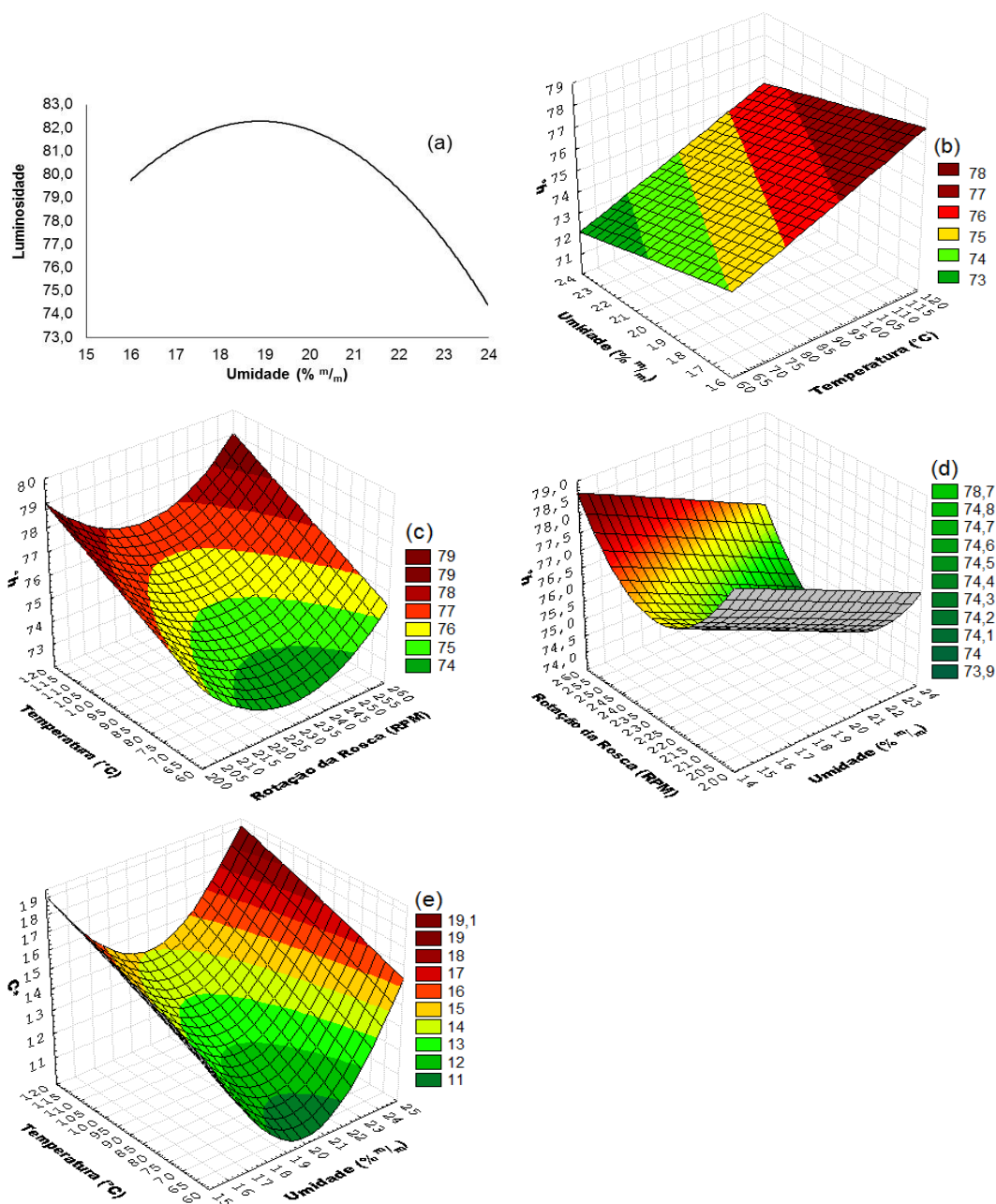
4.2.4 Parâmetros de cores para os extrusados de amido de mandioca

A análise de cor dos extrusados demonstrou que após o processo a luminosidade (L^*) variou entre 74,34 a 81,89, apresentando escurecimento se comparado aos 96,71 verificado no amido nativo, independente das condições adotadas na extrusão, corroborando com Leonel, Freitas e Mischan (2009) e Trombini, Leonel e Mischan (2013), sendo observado efeito linear e quadrático negativo da umidade sobre a luminosidade (Tabela 24), com maior escurecimento verificado em condição extrema de umidade com a rotação da rosca e temperatura fixos na condição central de extrusão (Figura 22a).

As alterações de cor que os extrusados sofrem, segundo Altan, McCathy e Maskan (2008) é indicativo da extensão das reações de escurecimento, tais como:

caramelização, reação de Maillard, grau de cozimento e degradação de pigmentos de cor que podem ocorrer durante a extrusão.

Figura 22 - Luminosidade (a), saturação (b, c, d) e intensidade das cores (e) do amido modificado de mandioca influenciado pelos parâmetros de extrusão



Os pigmentos de cor que indicam a variação entre o verde (-a) até o vermelho (+a) e entre o azul (-b) até o amarelo (+b), sendo o nível máximo ± 60 , variou entre 3,1 a 4,4 para o cromatismo a^* , apresentando efeito linear e quadrático positivo da

umidade sobre o parâmetro. Para o croma b^* foram verificadas variação entre 11,4 a 18,4, demonstrando efeito linear e quadrático positivo da temperatura e efeito quadrático positivo da umidade. Com a obtenção dos índices dos cromas a^* e b^* foi possível calcular a saturação das cores (h°) e sua intensidade (C^*), permitindo melhor representação das cores no plano.

A saturação da cor (h°) dos extrusados variou entre $72,38^\circ$ a $79,46^\circ$ hue, demonstrando saturação de cor para a tonalidade amarela alaranjada, ocorrendo efeito linear positivo da temperatura, efeito linear negativo da umidade e efeito quadrático positivo da rotação da rosca, conforme demonstrado na Tabela 24.

Provavelmente a saturação mencionada seja devida a presença marcante do pigmento de cor amarela e a baixa presença do pigmento vermelho, resultando na tonalidade mencionada.

Como demonstrado na Figura 22b, mantendo a rotação da rosca em condição intermediária (230 rpm) a saturação é incrementada nos extremos de umidade gradativamente com a elevação da temperatura; fixando a umidade em 20 % (m/m), a saturação é reduzida sob baixa temperatura com rotação intermediária da rosca (Figura 22c) e, mantendo a temperatura fixa em 90°C sob baixa umidade, ocorre incremento da saturação nos extremos de rotação da rosca (Figura 22d). Em geral, a saturação da cor para os extrusados de amido de mandioca é favorecida sob elevada temperatura, baixa umidade e rotação elevada de rosca.

A intensidade e/ou a pureza das cores (C^*) foram baixas e variou entre 10,57 a 19,08, apresentando efeito linear positivo da temperatura e quadrático positivo da umidade. Extrusados com maior intensidade opaca foram obtidos em condições intermediárias de umidade e rotação com baixa temperatura de extrusão, enquanto, extrusados com cores mais 'vivas' foram obtidos nos extremos de umidade conciliado a elevada temperatura (Figura 22e). De modo geral, os extrusados apresentaram-se claros com tonalidade de cor amarela alaranjada opaca.

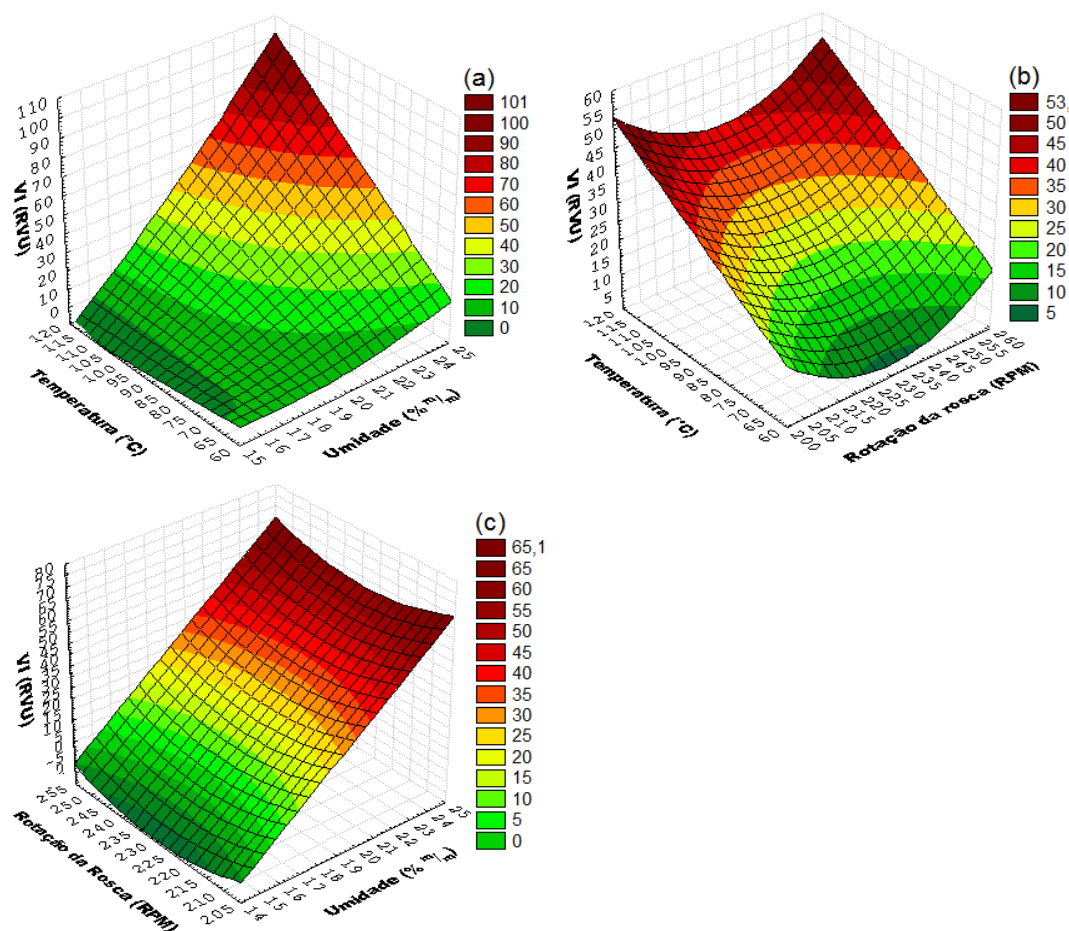
4.2.5 Perfil viscoamilográfico do amido modificado de mandioca

O amido nativo é incapaz de absorver água em temperatura ambiente, para que tal capacidade seja atingida, a estrutura do grânulo precisa ser danificada e haja rompimento das ligações existentes, possibilitando o intumescimento. Com a modificação pela extrusão, se o processo não for drástico, percentuais de grânulos

poderão manter parte de sua estrutura e expor sítios capazes de interagir com a água em condições ambiente, desenvolvendo viscosidade até então impossíveis sem modificação das condições físicas do meio. Entretanto, de acordo com os parâmetros adotados, a estrutura cristalina pode ser completamente danificada, inibindo a viscosidade.

Os índices de viscosidade a frio variaram até níveis de 101,8 RVU, demonstrando efeito linear positivo da temperatura e da umidade, bem como, efeito quadrático positivo da rotação da rosca e interação entre os parâmetros temperatura e umidade, conforme apresentado na Tabela 24. Maiores índices de viscosidade foram obtidos em condições elevadas de temperatura e umidade com rotação fixa em 230 rpm (Figura 23a) e, nos extremos de rotação da rosca conciliados com a máxima temperatura e umidade, 115 °C e 24 % (m/m), respectivamente (Figuras 23b e 23c).

Figura 23 - Viscosidade inicial a frio (VI) do amido modificado de mandioca influenciado pelos parâmetros de extrusão



Avaliando o índice de viscosidade a frio sugere-se que os grânulos, após a modificação por extrusão, apresentaram elevado grau de gelatinização, justificando o índice de viscosidade observado, corroborando com Menegassi et al. (2007) quando citam que índices de viscosidade a frio elevam-se com a prévia gelatinização do material e são inibidos em condições severas de processamento.

Confrontando o comportamento observado com a literatura, Leonel, Freitas e Mischan (2009); Lustosa et al. (2009); Souza e Leonel (2010); Lustosa e Leonel (2010); Sarawong et al. (2014); Trombini, Mischan e Leonel (2016), verifica-se que as características da matéria prima e os parâmetros adotados na modificação, influenciam distintamente a viscosidade avaliada.

As alterações provocadas na estrutura do grânulo após a extrusão, inicialmente, antecedendo há gelatinização, proporcionou a redução do diâmetro dos grânulos, que segundo Noda et al. (2006) diminui o pico de viscosidade, corroborando com Ren et al. (2010); Moraes, Alves e Franco (2013) e Zhang et al. (2013).

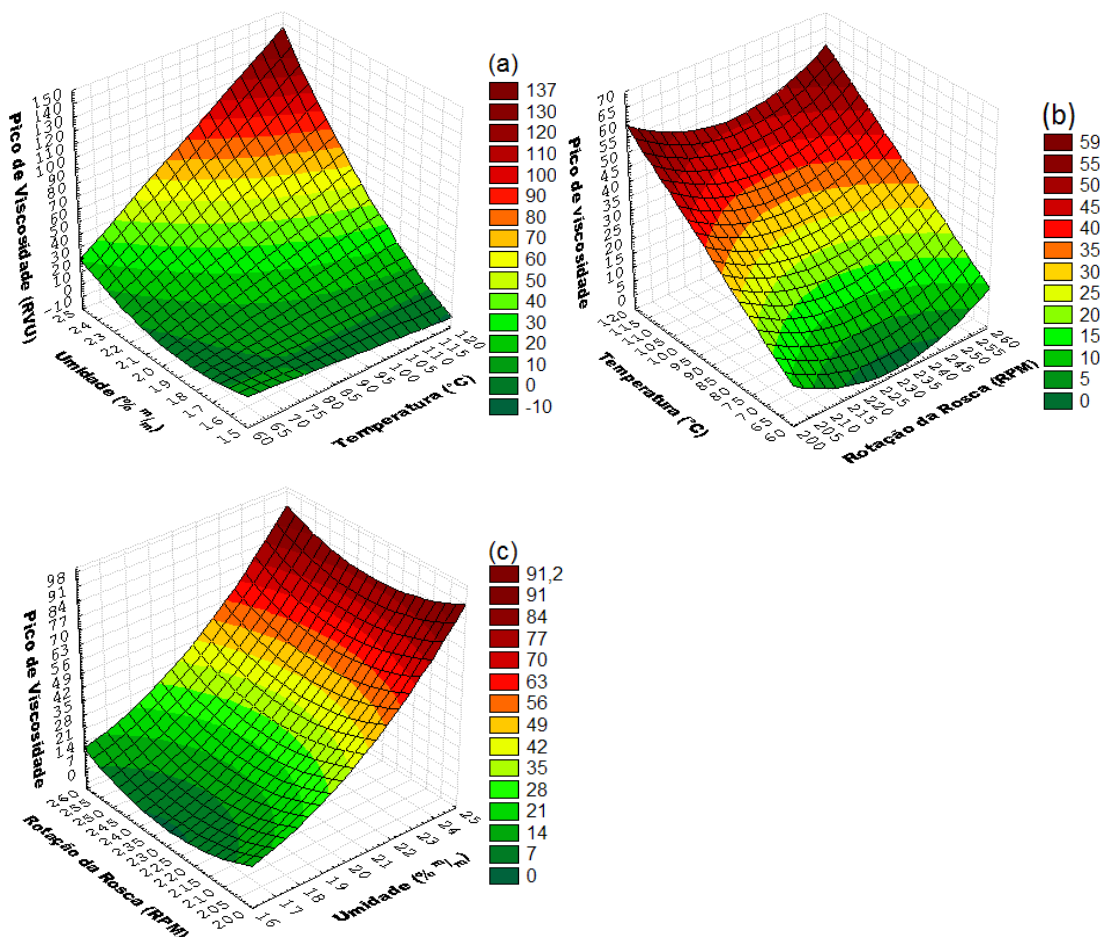
O índice de viscosidade máxima apresentou efeito linear positivo da temperatura e umidade, efeito quadrático positivo da umidade e rotação da rosca, além da interação positiva entre temperatura e umidade (Tabela 24).

A menor degradação estrutural e/ou pico de viscosidade ocorreu sob condições elevadas de temperatura e umidade com rotação da rosca fixa em 230 rpm (Figura 24a); umidade em 20 % (m/m) com o aumento da temperatura e extremos de rotação (Figura 24b) e, temperatura em nível intermediário com os extremos de rotação a viscosidade é favorecida com o incremento da umidade (Figura 24c). O mesmo aplicando-se a quebra de viscosidade (QV).

A condição igualitária dos níveis de viscosidade máxima e quebra de viscosidade indicam que a estrutura do grânulo não suportou a ação dos parâmetros adotados na modificação.

Segundo Menegassi et al. (2007), o teor de umidade tende a diminuir o atrito mecânico sofrido pelo grânulo, portanto, menor degradação estrutural ocorre favorecendo a viscosidade, concordando com Teba, Ascheri e Carvalho (2009); Souza e Leonel (2010); Filli et al. (2010); Aguilar-Palazuelos et al. (2012), justificando o comportamento observado no estudo.

Figura 24 - Viscosidade máxima / pico de viscosidade (PV) e quebra de viscosidade (QV) do amido modificado de mandioca influenciado pelos parâmetros de extrusão



4.3 EXPERIMENTO 2: ENSAIO 2 – EFEITO DAS CONDIÇÕES DE EXTRUSÃO SOBRE AS CARACTERÍSTICAS FÍSICO-QUÍMICAS DO AMIDO DE BATATA-DOCE

A modificação realizada ao amido de batata-doce por meio da tecnologia de extrusão, de acordo com as características utilizadas, demonstrou influência dos parâmetros adotados em diversas características avaliadas, conforme demonstrado na Tabela 25. Para melhor entendimento da influência de cada variável sobre as características avaliadas, estas foram apresentadas separadamente.

Tabela 25 - Equações estimadas e ANOVA para os parâmetros de qualidade e tecnológicos do amido modificado de batata-doce

Parâmetro	Equação	R ²	Pr > F
IAA	$3,93+0,45U-0,40RR+0,44T^2-0,26U^2$	0,84	0,0049
ISA	$56,43-10,09U-6,95T^2$	0,79	0,0168
AR	Não preditiva	0,31	0,8370
V.E.	$4,95-1,48U-0,74T^2+0,58U^2+1,04T*RR$	0,89	0,0009
I.E.	$10,10-0,92U-0,45U^2$	0,82	0,0084
D	$80,04+32,09T^2$	0,62	0,1835
L*	$77,27-1,81T$	0,59	0,2371
a*	$2,10+0,49T$	0,63	0,1595
b*	$14,95-1,00T^2$	0,61	0,1923
°h	$82,12-1,34T$	0,62	0,1849
C*	Não preditiva	0,60	0,2089
VI	Não preditiva	0,60	0,2206
PV	Não preditiva	0,62	0,1888
QV	Não preditiva	0,62	0,1888
VF	$8,68+9,64U+3,24U^2-2,75RR^2$	0,95	<,0001
TR	$8,68+9,64U+3,24U^2-2,75RR^2$	0,95	<,0001

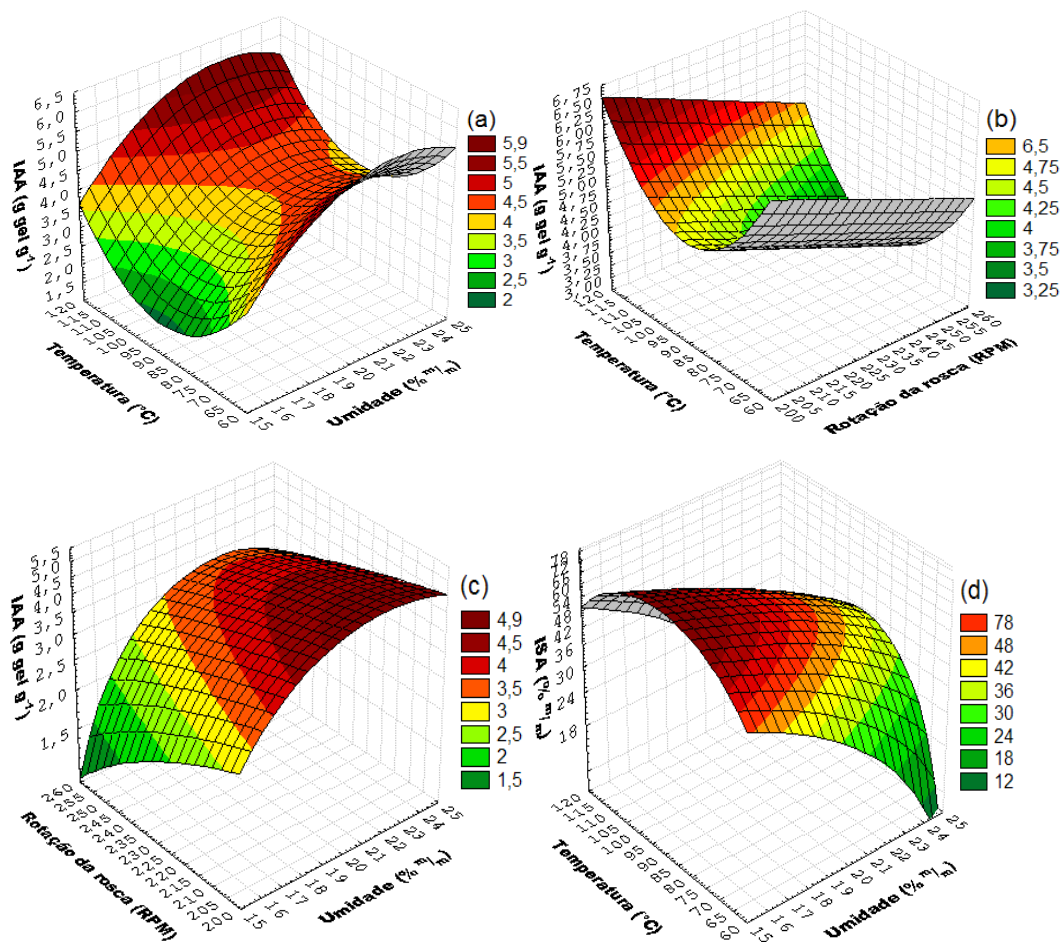
IAA – índice de absorção de água; ISA – índice de solubilidade em água; AR – amido resistente; V.E. – volume específico; I.E. – índice de expansão; D – dureza; L* - luminosidade; a* e b* - pigmentos de cor; °h –saturação de cor; C* - intensidade de cor; VI – viscosidade inicial a frio; PV – viscosidade máxima (Pico de viscosidade); QV – quebra de viscosidade; VF – viscosidade final; TR – tendência em retrogradar; R² - coeficiente de linearidade; U – umidade; T – temperatura; RR – rotação da rosca.

4.3.1 Índice de absorção de água (IAA) e índice de solubilidade em água (ISA) dos extrusados de batata-doce

O IAA variou entre 1,76 a 5,85 g gel g⁻¹, apresentando efeito linear positivo da umidade e negativo da rotação da rosca, bem como, efeito quadrático positivo da temperatura e negativo da umidade. O ISA variou entre 19,8 a 73,4 % (m/m), apresentando efeito linear e quadrático negativo da umidade e temperatura, respectivamente, como demonstrado na Tabela 25.

Os melhores índices de absorção foram verificados em condições extremas de temperatura conciliado com elevada umidade e baixa rotação (Figuras 25a e 25b, respectivamente) e, sob baixa condição de umidade e elevada rotação da rosca, sob as condições citadas ocorreu as maiores taxas de cisalhamento, aumentando o grau de degradação, ocasionando a diminuição do índice de absorção (Figura 25c).

Figura 25 - Índices de absorção de água (a, b, c) e solubilidade em água (d) do amido modificado de batata-doce influenciado pelos parâmetros de extrusão



Segundo Ding et al. (2005) o IAA relaciona-se com a disponibilidade de grupos hidrofílicos (OH-) em se ligar com moléculas de água. Devido a menor densidade, a entrada de água ocorre primeiramente pela região amorfa do grânulo, gerando estresse entre as lamelas, resultando em pequeno inchamento granular (COPELAND et al., 2009). Possivelmente a quantidade de cadeias longas presente na estrutura do amido de batata-doce possibilitaram elevada proporção de polímeros danificados e a elevada disponibilidade de sítios ativos, resultando no índice observado.

Em contrapartida, os maiores índices de solubilidade foram obtidos nas condições intermediárias de temperatura e rotação da rosca sob baixo teor de umidade (Figura 25d). Nestas condições verifica-se maior severidade de processamento, aumentando o grau de fragmentação, dextrinização e gelatinização

do grânulo, em consequência, elevando a solubilidade do material, concordando com os estudos de Leonel et al. (2006) e Carvalho et al. (2010).

Os índices de absorção e solubilidade verificados para o amido extrusado de batata-doce, fazem desta promissora fonte para utilização em produtos de panificação, alimentos de preparo rápido e/ou em produtos instantâneos (macarrões, pudins, sopas, mingaus), permitindo adicionar mais água à massa, melhorando o manuseio e evitando o ressecamento do produto durante o armazenamento (CLERICI; EL-DASH, 2008).

4.3.2 Teor de amido resistente (AR) em extrusados de batata-doce

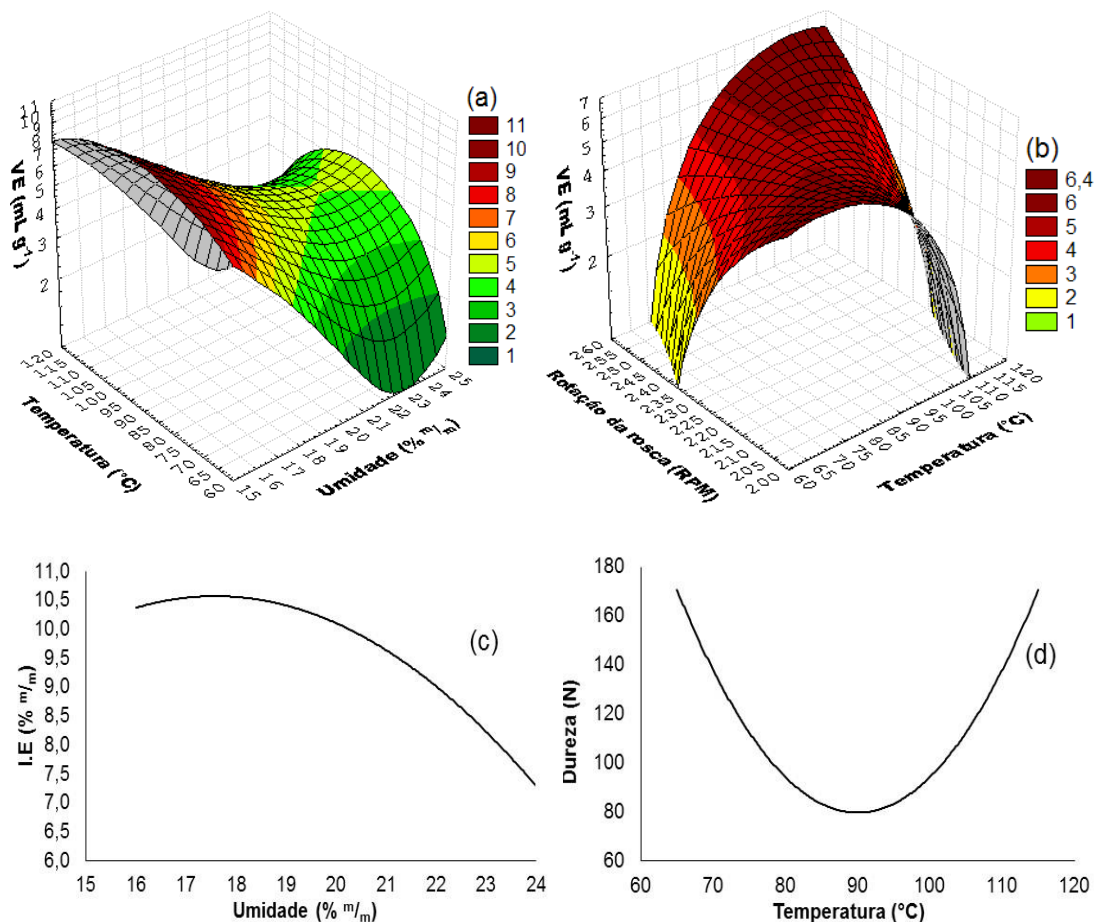
O teor de amido resistente variou entre 16,1 a 20,5 % (m/m), comparando com o teor antes da extrusão (32,1 % (m/m)) verifica-se acentuado decréscimo, semelhantemente Kljak et al. (2015) verificaram o mesmo em híbridos de milho.

Tal comportamento pode correlacionar-se intimamente com a taxa de distribuição entre as cadeias de amilose/amilopectina. Sendo as cadeias longas da amilopectina mais susceptíveis ao processo de extrusão e as variáveis umidade e cisalhamento e, diminuindo os espaços entre as lamelas do grânulo tornando-o mais resistente ao ataque enzimático, com a fragmentação e há reaproximação dessas estruturas sendo impossibilitada, o teor é drasticamente reduzido e os grânulos excedentes, possivelmente, apresentam danos estruturais deixando-os mais vulneráveis a entrada da enzima e a degradação, corroborando com Gonzalez-Soto et al. (2007) e Maskan; Altan (2011).

4.3.3 Volume específico (VE), índice de expansão (IE) e dureza em extrusados de batata-doce

O volume específico dos extrusados variou até níveis de 9,08 mL g^{-1} apresentando efeito linear negativo da umidade e efeito quadrático negativo da temperatura e positivo da umidade, conforme apresentado na Tabela 25. Sob condições de elevada temperatura, baixa umidade e rotação da rosca fixa em 230 rpm e, elevada rotação e temperatura com umidade fixa na condição intermediária os níveis do parâmetro foram favorecidos (Figuras 26a e 26b, respectivamente).

Figura 26 - Volume específico (a, b), índice de expansão (c) e dureza (d) do amido modificado de batata-doce influenciado pelos parâmetros de extrusão



Analisando as Figuras 26a e 26b e o verificado na literatura, diversos autores reportam comportamento semelhante aos observados para a batata-doce frente a fontes botânicas amiláceas distintas, por exemplo, Fiorda et al. (2015) estudando mistura pré-gelatinizada de amido com bagaço de mandioca; Trombini, Leonel e Mischan (2013) em mistura de farinha de soja, fécula e farelo de mandioca; Spinello et al. (2014) em misturas de mandioca e açafrão e Camargo, Leonel e Mischan (2008) estudando polvilho azedo enriquecido com fibras.

A expansão dos extrusados de amido de batata-doce variou entre 7,28 a 10,57 % (m/m) ocorrendo influência negativa linear e quadrática da umidade. Extrusados com melhor expansão foram obtidos fixando a temperatura e a rotação da rosca em condição operacional intermediária e umidade ao nível de 17,6 % (m/m), como apresentado na Figura 26c. Conforme já relatado, teor elevado de umidade pode vir

a modificar a estrutura da amilopectina provocando redução em sua capacidade de expansão.

Entretanto, como o índice de expansão pode relacionar-se com o grau de gelatinização, pressupõe-se que, devido aos valores observados, o grau de gelatinização do amido de batata-doce modificado foi elevado. Porventura, se a maior proporção de cadeias longas, mesmo estas sendo inversas as expansões, fragmentar-se a ponto de aumentar o tempo de residência do material em conjunto com a umidade dentro do extrusor, elevaria a taxa de cisalhamento e o grau de gelatinização do mesmo, justificando os resultados observados e concordando com Ding et al. (2005).

Diversos autores verificaram índices inferiores em fontes e condições diversas de modificação, Borba, Sarmiento e Leonel (2005) em extrusados de farinha de batata-doce; Hagenimana, Ding e Fang (2006) trabalhando com farinha de arroz extrusada; Ferreira et al. (2012) extrusando feijões branco, carioca e grão de bico e Kljak et al. (2015) extrusando híbridos de milho, demonstrando que as características intrínsecas das matérias primas e os parâmetros operacionais adotados influem significativamente no índice de expansão, fazendo necessário controle destes para os resultados desejados.

A dureza dos extrusados variou entre 80,04 a 170,83 N, sendo verificado apenas influência quadrática positiva da temperatura (Tabela 25). Porém, a equação resultante demonstra não ser eficaz para descrever o comportamento do material frente ao processamento $p \geq 0,05$.

A dureza é um parâmetro de qualidade não desejável em produtos de consumo imediato (LEONEL; MARTINS; MISCHAN, 2010; LUSTOSA; LEONEL; MISCHAN, 2010), pois produtos 'mais duros' implicam em extrusados de menor crocância, requerida pelo consumidor. Conforme apresentado na Figura 26d, extrusados com menor dureza foram obtidos nas condições intermediárias de processamento, ou seja, rotação da rosca em 230 rpm, umidade em 20 % (m/m) e temperatura em 90 °C, sendo que os extremos da temperatura resultaram em extrusados 'mais duros'.

Extrusados com maior rigidez são obtidos quando a pressão é menor no interior do canhão de extrusão e ocorre evaporação lenta da água na saída da matriz, possibilitando que o material se solidifique antes que a expansão seja totalizada (SEBIO, 1996). Entretanto, se água evaporar instantaneamente antes da solidificação da estrutura, esta terá uma crocância elevada.

Em extrusados de amido de milho e em mistura de farinha de trigo com amido de milho, Stojceska et al. (2009) não reportam influência da temperatura, mas da umidade, sobre a dureza dos extrusados, citam que umidade de até 13 % (m/m) não afeta o parâmetro, contrário a Spinello et al. (2014) que observaram baixos valores de dureza sob umidade elevada com baixa temperatura em mistura amilácea não convencional. Contudo, Leonel, Martins e Mischan (2010) e Cardoso et al. (2015) também observaram influência da temperatura sobre extrusados de farinha de soja com polvilho azedo e extrusados de batata cultivar Ibituaçu, respectivamente.

Diante do apresentado, verifica-se que as características intrínsecas de cada matéria prima como estrutura, distribuição das cadeias de amilose/amilopectina por exemplo, afetam os parâmetros avaliados.

4.3.4 Luminosidade e componentes de cor dos extrusados de batata-doce

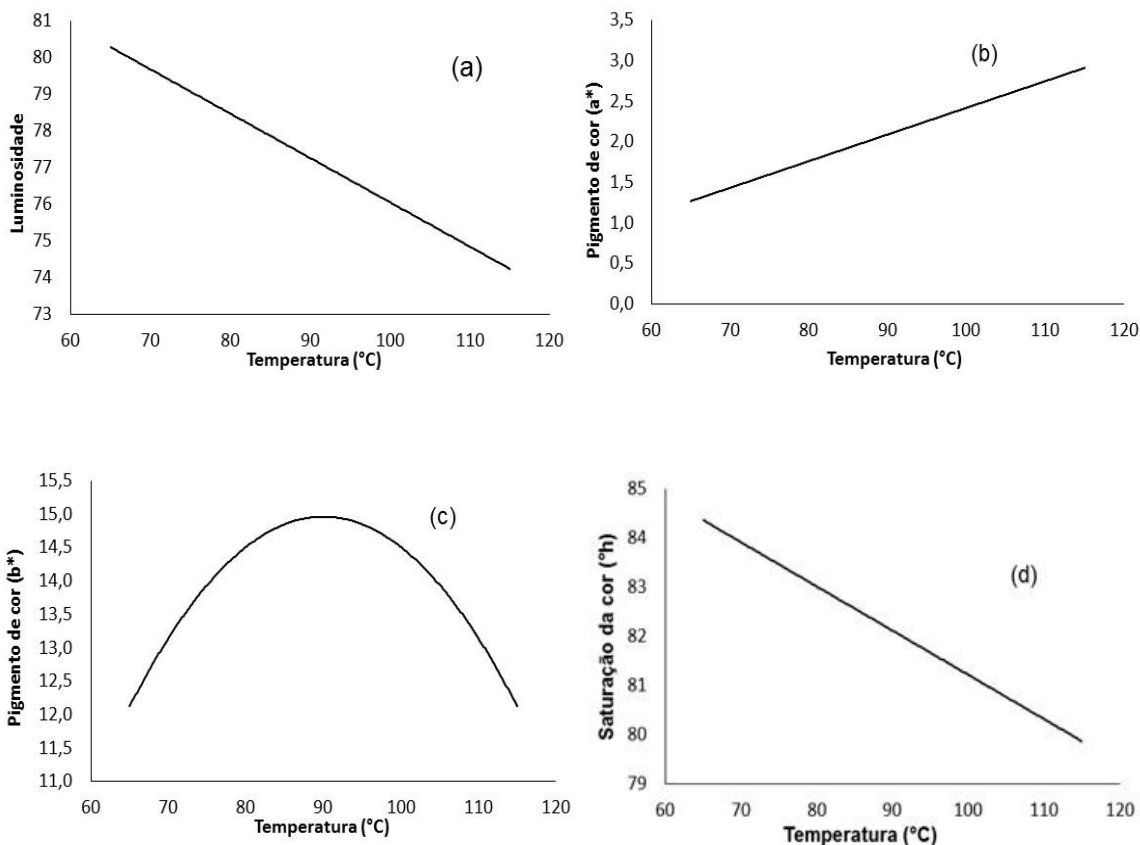
Os índices de luminosidade (L^*) para os extrusados de batata-doce variaram entre 74,24 a 80,30, sendo observado influência linear negativa da temperatura sobre este parâmetro (Tabela 25). Contudo, a equação de segunda ordem mostrou-se inadequada indicando falta de ajuste e, avaliando a luminosidade da matéria prima antes da extrusão 95,01 observa-se declive de até 21,86 % após o processamento.

Para os pigmentos de cor, o croma a^* variou entre 1,27 a 2,91 e o croma b^* entre 12,12 a 14,95 dentre os extrusados. O pigmento que indica a variação de cor entre as tonalidades vermelha e verde (a^*) apresentou efeito linear positivo da temperatura e o pigmento b^* (variação de cor entre amarelo e azul) demonstrou efeito quadrático negativo da temperatura. Comparando os pigmentos de cor antes, 0,14 e 4,67 a^* e b^* respectivamente, e após o processamento pela extrusão, verifica-se aumento do percentual dos pigmentos responsáveis pela coloração característica dos extrusados após o processamento. Porém, a equação global não demonstrou ser satisfatória, indicando falta de ajuste em ambos os casos (Tabela 25).

Para obtenção de extrusados mais claros, próximos ao branco (L^*-100) é necessário fixar a operacionalização em condições intermediárias de rotação da rosca e umidade com temperatura a 65 °C (Figura 27a). Já a pigmentação de cor vermelha é favorecida à medida que a temperatura aumenta (Figura 27b) e os

extremos de temperatura proporcionaram a menor pigmentação de cor amarela nos extrusados (Figura 27c), para ambos os casos, com rotação da rosca e umidade em condições intermediárias de modificação.

Figura 27 - Luminosidade (a), pigmentos (b, c) e saturação de cor (d) do amido modificado de batata-doce influenciado pelos parâmetros de extrusão



A obtenção dos cromas a^* e b^* possibilitou a avaliação da saturação das cores (h°) e sua intensidade (C^*). Para o parâmetro de saturação de cor (h°) os resultados variaram entre $78,61^\circ$ a $86,49^\circ$ apresentando efeito linear negativo da temperatura, porém, a equação demonstrou falta de ajuste. A intensidade das cores (C^*), independentemente da condição de processamento, não apresentou efeito significativo dos parâmetros isolados (Tabela 25). Os resultados variaram entre 11,0 a 18,9 %, indicando que os extrusados apresentaram cores frias com baixo grau de pureza.

A baixa temperatura de extrusão proporcionou aos extrusados saturação de cor predominantemente amarela, entretanto, elevando-se a temperatura até o extremo

máximo do processo a cor resultante do extrusado é amarelo alaranjado (Figura 27d), corroborando com os resultados reportados por Shih, Kuo e Chiang (2009) para batata-doce em *chips*.

Entretanto, Leonel, Souza e Mischan (2010) e Trombini, Mischan e Leonel (2016), reportam comportamento semelhante ao observado em *snacks* de polvilho doce e fibra de laranja e em misturas instantâneas de mandioca, respectivamente. Segundo Leonel, Souza e Mischan (2010) o aumento da umidade reduz o tempo de residência do material no canhão de extrusão, acarretando menor caramelização pela reação de Maillard, corroborando com os resultados observados.

De modo geral, os extrusados de amido de batata-doce, sob as condições adotadas no processamento, apresentaram coloração clara e tonalidade opaca variando entre o amarelo e amarelo alaranjado, de acordo com a temperatura de processamento.

4.3.5 Características de pasta do amido modificado de batata-doce

O amido nativo é incapaz de absorver água em temperatura ambiente devido sua organização estrutural. Com a modificação a estrutura é danificada expondo sítios de absorção de água ocasionando desenvolvimento de viscosidade. O perfil de viscosidade do amido extrusado de batata-doce é apresentado na Tabela 25.

A viscosidade inicial a frio desenvolvida pelos extrusados apresentaram níveis até 28,8 RVU, não apresentando influência do processamento, colaborando com Trombini, Leonel e Mischan (2013), porém contrário a Lustosa et al. (2009), os autores reportam influência da rotação da rosca e da interação temperatura e rotação sobre a viscosidade.

Os melhores índices de viscosidade foram observados sob condições de temperatura em 105 °C, umidade em 17,6 % (m/m), rotação em 245 rpm e umidade em 22,4 % (m/m), rotação da rosca em 215 rpm e temperatura intermediária.

Os níveis de viscosidade máxima e quebra de viscosidade variaram entre 0,6 a 45,9 RVU, indicando que o amido de batata-doce, independentemente das condições de temperatura e taxa de cisalhamento aplicadas no processamento, não suportou o colapso resultante.

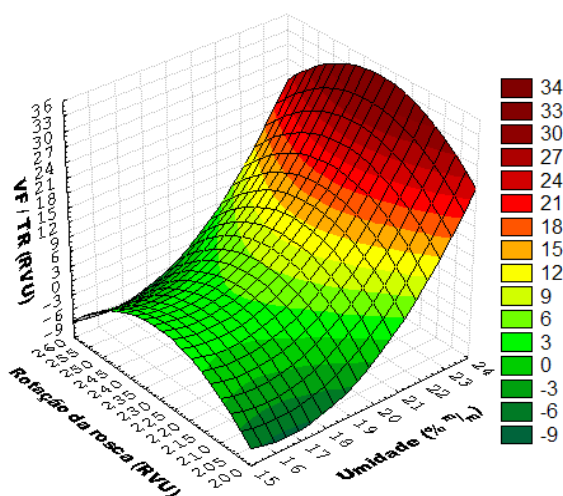
Assim os baixos valores obtidos indicam elevada proporção de grânulos gelatinizados, sendo o menor índice obtido com temperatura e rotação da rosca em

condições intermediárias e umidade ao nível de 16 % (m/m) e o maior índice sob temperatura de 105 °C, rotação da rosca em 245 rpm e umidade a 22,4 % (m/m), não demonstrando influência dos parâmetros adotados, bem como, a equação demonstra não ser representativa indicando falta de ajuste.

A característica estrutural do amido possibilitou, com a elevação da temperatura, massa mais fluída e estruturas mais susceptíveis a ação do cisalhamento. Assim, quanto maior a ação térmica e mecânica aplicada ao fluído, maior a degradação das moléculas, obtendo-se baixos valores de viscosidade máxima e consideráveis índices de viscosidade a frio, como observado.

Para a viscosidade final e a tendência em retrogradar foi observado Influência linear e quadrática positiva da umidade e quadrática negativa da rotação da rosca. Os maiores índices foram observados com rotação em 230 rpm e umidade em 24 % (m/m), já os menores índices sob umidade de 16 % (m/m) conciliada aos extremos de rotação da rosca (Figura 28), para ambos os casos, temperatura na condição central de extrusão, corroborando com Clerici e El-Dash (2008) e Carvalho et al. (2010), porém contrário ao relatado por Lustosa et al. (2009); Menegassi, Pilosof e Arêas (2011) e Sharma e Gujral (2013).

Figure 28 - Viscosidade final e tendência em retrogradar do amido modificado de batata doce influenciado pelos parâmetros de extrusão



De acordo com a retrogradação verificada anteriormente para o amido de batata-doce (75 %) é possível prever que o índice de viscosidade final observado seja

derivado das reassociações dos fragmentos lineares com massa molecular igual ou inferior a molécula de amilose e ao baixo teor de fósforo presente.

Com umidade elevada, rotação e temperatura nas condições intermediárias de processamento foi verificada a maior taxa de degradação das moléculas estruturais do grânulo, justificando a ocorrência reportada.

Portanto, de acordo com os resultados observados para o amido de batata-doce, o índice de viscosidade final do amido modificado é proveniente da capacidade de absorção de água e intumescimento dos fragmentos reorganizados estruturalmente e não da capacidade dos grânulos em desenvolver viscosidade, sendo que, como demonstrado, a viscosidade máxima atingida foi rompida por completo, não resultando em índices antecedentes a retrogradação.

5 CONCLUSÕES

A avaliação dos amidos nativos demonstrou que os mesmos apresentam os padrões de qualidade necessários para diversas aplicabilidades industriais. A distribuição dos grânulos dos amidos nativos encontra-se em sua totalidade entre 10 a 20 μm com índice de cristalinidade em torno de 19 %.

O percentual de amido resistente sobressaiu-se no amido nativo de batata-doce, não sendo verificadas diferenças no índice de solubilidade entre os amidos de mandioca-salsa e batata-doce. O amido de mandioca-salsa apresentou o maior índice de viscosidade, bem como, maior variação de entalpia e quebra de viscosidade, com percentual elevado de retrogradação para o amido de batata-doce.

Dentre as características avaliadas, o diâmetro médio dos grânulos é o principal parâmetro de dissimilaridade entre as raízes, seguido pelo percentual de retrogradação e teor de amido resistente. Entretanto, o índice de cristalinidade não demonstrou efeito na dissimilaridade entre as fontes estudadas.

A modificação por intermédio da tecnologia de extrusão resultou em perda da cristalinidade e aumento da fragmentação dos grânulos, em consequência, elevação da solubilidade e viscosidade a frio, redução na viscosidade máxima e quebra de viscosidade foram verificadas evidenciando completa gelatinização.

O processo de extrusão promoveu maior degradação no amido de mandioca-salsa, salientando a importância das características intrínsecas na determinação das condições de processamento. A fragmentação das cadeias laterais da amilopectina favoreceu o incremento de AR3 para os amidos de mandioca e mandioca-salsa.

Dentre as condições adotadas na modificação, a temperatura é o parâmetro de maior influência na obtenção de amidos pré-gelatinizados. Os resultados dos efeitos das variáveis independentes do processo de extrusão sobre as propriedades dos amidos indicam que sob temperatura de 115 °C, umidade de 24 % (m/m) e rotação da rosca de 230 rpm e temperatura de 105 °C, umidade de 22,4 % (m/m) e rotação de 215 rpm obtêm-se amidos totalmente gelatinizados de mandioca e batata-doce, respectivamente, com bom índice de viscosidade à frio, o que pode ser de interesse para aplicabilidades como agentes ligantes na indústria farmacêutica e/ou agentes de volume e espessante na indústria alimentícia, por exemplo.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ABEGUNDE, O. K.; MU, T.- H.; CHEN, J.- W.; DENG, F.- M. Physicochemical characterization of sweet potato starches popularly used in Chinese starch industry. **Food Hydrocolloids**, v. 33, p. 169-177, 2013.
- ABRAHAM, T. E; SIMI, C. K. Physicochemical Rheological and Thermal Properties of Njavara Rice (*Oryza sativa*) Starch. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 3. n 56, p. 12105–12113, 2008.
- AGUIAR, E. B.; BICUDO, S. J.; CURCELLI, F.; FIGUEIREDO, P. G.; CRUZ, S. C. S. Épocas de poda e produtividade da mandioca. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v. 46, n. 11, p. 1463-1470, 2011.
- AGUILAR-PALAZUELOS, E.; ZAZUETA-MORALES, J. de J.; HARUMI, E. N.; MARTÍNEZ-BUSTOS, F. Optimization of extrusion process for production of nutritious pellets. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 32, n. 1, p. 34-42, 2012.
- ALBANO, K. M.; FRANCO, C. M. L.; TELIS, V. R. N. Rheological behavior of Peruvian carrot starch gel as affected by temperature and concentration. **Food Chemistry**, v. 40, p. 30-43, 2014.
- ALTAN, A.; McCATHY, K. L.; MASKAN, M. Twin-screw extrusion of barley-grape pomace blends: extrudate characteristics and determination of optimum processing conditions. **Journal of Food Engineering**, v.89, p. 24-32, 2008.
- AMARAL, L.; JAIGOBIND, A. G. A.; JAISINGH, S. **Dossiê técnico: processamento de mandioca**. Curitiba: TECPAR, p. 47, 2007.
- AMBIGAIPALAN, P.; HOOVER, R.; DONNER, E.; LIU, Q. Starch chain interactions within the amorphous and crystalline domains of pulse starches during heat moisture treatment at different temperatures and their impact on physicochemical properties. **Food Chemistry**, v. 143, p. 175–184, 2014.
- ANDERSON, R. A.; CONWAY, H. F.; PEPLINSKI, A. J. Gelatinization of corn grits by roll cooking, extrusion cooking and steaming. **Starch/Stärke**, v. 22, n. 4, p. 130-135, 1970.
- ANDRADE JUNIOR, V. C.; VIANA, D. J. S.; PINTO, N. A. V. D.; RIBEIRO, K. G.; PEREIRA, R. C.; NEIVA, I. P.; AZEVEDO, A. M.; ANDRADE, P. C. R. Características produtivas e qualitativas de ramas e raízes de batata-doce. **Horticultura Brasileira**, v. 30, p. 584-589, 2012.
- ANGGRAINI, V.; SUDARMONOWATI, E.; HARTATI, N. S.; SUURS, L.; VISSER, R. G. F. Characterization of cassava starch attributes of a different genotypes. **Starch–Stärke**, v. 61, p. 472–481, 2009.
- ARAÚJO, J. S. F.; COSTA, J. S.; SILVA, G. M. S.; CAVALCANTI, M. T. Avaliação sensorial de batata-doce roxa “chips” e palito. **Caderno Verde de Agrotecnologia e Desenvolvimento Sustentável**, vol. 4, n. 1, 2014.

ASAOKA, M.; BLANSHARD, J. M. V.; RICHARD, J. E. The effect of pre-harvest pruning on the quality of cassava starch. **Annals of Applied Biology**, v. 122, p. 337-344, 1993.

ASCHERI, J. L. R.; CARVALHO, C. W. P. **Processo de extrusão de alimentos: aspectos tecnológicos para o desenvolvimento e produção de alimentos para consumo humano**. Apostila do Curso de extrusão termoplástica de alimentos – EMBRAPA Agroindústria de Alimentos, 82 p., 2008.

ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS INTERNATIONAL – **AOAC - International**: Official methods of analysis of AOAC International. 18th edition – Gaithersburg. Current Through Revision 2, 2007.

ATICHOKUDOMCHAI, N.; VARAVINIT, S.; CHINACHOTI, P. A study of ordered structure in acid-modified tapioca starch by ¹³C CP/MAS solid-state NMR. **Carbohydrate Polymers**, v. 58, n.4, p. 383-389, 2004.

ATKINS, N. J.; CHENG, S. L.; ABEYSEKARA, R. M.; ROBARDS, A. W. Localization of amylose and amylopectin in starch granule using enzyme – gold labelling. **Starch**, v. 51, p. 163–172, 1999.

BAUER, B. A.; KNORR, D. The impact of pressure, temperature and treatment time on starches: Pressure-induced starch gelatinisation as pressure time temperature indicator for high hydrostatic pressure processing. **Journal of Food Engineering**, v. 68, n. 3, p. 329–334, 2005.

BECKER, F. S.; EIFERT, E. C.; SOARES JUNIOR, M. S.; TAVARES, J. A. S.; CARVALHO, A. V. Mudanças químicas e viscoamilográficas em farinhas de diferentes genótipos de arroz submetidos à extrusão. **Ciência Rural**, v. 43, n. 10, p. 1911-1917, 2013.

BELLO-PÉREZ, L.A.; MONTEALVO, M.G.M.; ACEVEDO, E.G. **Almidón: definición, estructura y propiedades**. In: LAJOLO, F.M. e MENEZES, E.W. Carbohidratos em Alimentos Regionales Iberoamericanos. Editora da USP, São Paulo, p.646, 2006.

BENINCA, C. **Emprego de técnicas termoanalíticas na análise de amidos nativos e quimicamente modificados de diferentes fontes botânicas**. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos)- Universidade Estadual de Ponta Grossa, 2008, 74 f.

BERK, Z. **Food Process Engineering and Technology**. Academic Press, 2th edition, p.720, 2009.

BERRIOS, J. J.; ASCHERI, J. L. R.; LOSSO, J. N. **Extrusion processing of dry beans and pulses**. In: M. Siddiq e M. A. Uebersax (Ed.). Dry beans and pulses. Iowa: John Wiley & Sons. Extrusion processing of dry beans and pulses, p.185–203, 2013

- BERTOLINI, A. C. **Bases moléculaires et thermomécaniques de la propriété d'expansion du polvilho azedo**. These (Doctorat de Chimie Biologie) – Faculté des Sciences et Techniques, Université de Nantes, p.114, 2000.
- BERTOFT, E. On the building block and backbone concepts of amylopectin structure. **Cereal Chemistry**, v. 90, n. 4, p. 294–311, 2013.
- BERTOFT, E.; LAOHAPHATANALEART, K.; PIYACHOMKWAN, K.; SRIROTH, K. The fine structure of cassava starch amylopectin. Part 2: Building block structure of clusters. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 47, n. 3, p. 325–335, 2010.
- BLAZEK, J.; GILBERT, E. P. Application of small-angle X-ray and neutron scattering techniques to the characterisation of starch structure: a review. **Carbohydrate Polymers**, v. 85, n. 2, p. 281-293, 2011.
- BLAZEK, J.; COPELAND, L. Pasting and swelling properties of wheat flour and starch in relation to amylose content. **Carbohydrate Polymers**, v. 71, p. 380-387, 2008.
- BLENNOW, A.; BAY-SMIDT, A. M.; OLSEN, C. E.; MØLLER, B. L. The distribution of covalently bound phosphate in the starch granule in relation to starch crystallinity. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 27, p. 211-218, 2000.
- BORNET, F. Technologie des amidons, digestibilité et effets métaboliques. **Cahiers de Nutrition et de Diététique**, v. 27, n. 3, p. 170-178, 1992.
- BORBA, A. M.; SARMENTO, S. B. S.; LEONEL, M. Efeito dos parâmetros de extrusão sobre as propriedades funcionais de extrusados da farinha de batata-doce. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 25, n. 4, p. 835-843, 2005.
- BORGES, J. T. S.; PAULA, C. D. de; PIROZI, M. R. Composição físico-química e sensorial de *chips* de mandioca-salsa. **Ingeniería e Innovación**, v. 1, n. 2, p. 59-69, 2013.
- BRASIL. Resolução nº 263. Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Aprova o “Regulamento técnico para produtos de cereais, amidos, farinhas e farelos”. **Diário Oficial da União**. Poder Executivo. Brasília, DF. 23 de setembro de 2005.
- BOUVIER, J. M. Breakfast cereals. In: GUY, R. **Extrusion cooking**. Boca Raton: Woodhead Publishing Limited, cap. 7, p. 135-160, 2001.
- BULÉON, A.; COLONNA, P. **Physicochemical behaviour of starch in food applications**. In: P. Belton (Ed.), *The chemical physics of food*. Oxford: Blackwell Publishing, pp. 20-59, 2007.
- BURESOVÁ, I.; I. SEDLÁČKOVÁ, I.; FAMĚRA, O.; LIPAVSKÝ, J. Effect of growing conditions on starch and protein content in triticale grain and amylose content in starch. **Plant Soil Environment**, v. 56, n. 3, p. 99-104, 2010.

CAGNON, J. R.; CEREDA, M. P.; PANTAROTTO, S. Glicosídeos cianogênicos da cassava: biossíntese, distribuição, destoxificação e métodos de dosagem. In: **Cultura de tuberosas amiláceas latino-americanas**, v. 2, p. 83-99, 2002.

CÂMARA, F. L. A.; SANTOS, F. F. Cultura da mandioquinha-salsa. In: CEREDA, M. P. et al. (Orgs.). **Culturas de tuberosas amiláceas Latino Americanas**. São Paulo: Fundação Cargill, 2002. p. 519-532.

CAMARGO FILHO, W.P.; MAZZEI, A.R.; ALVES, H.S. Mercado de raízes e tubérculos: Análise de preços. **Informações Econômicas**, v.31, n.2, p.36-44, 2001.

CAMARGO, K. F. de; LEONEL, M.; MISCHAN, M. M. Produção de biscoitos extrusados de polvilho com fibras: efeito de parâmetros operacionais sobre as propriedades físicas. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 28, n. 3, p. 586-591, 2008.

CAMIRE, M. E. Chemical and nutritional changes in food during extrusion. In: RIAZ, M. N. **Extruders in food applications**. CRC Press, Boca Raton, p. 127-147, 2000.

CAMPANHA, R. B.; FRANCO, C. M. L. Gelatinization properties of native starches and their Nægeli dextrins. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 106, p. 799-804, 2011.

CARDOSO, A. D.; VIANA, A. E. S.; RAMOS, P. A. S.; MATSUMOTO, S. N.; AMARAL, C. L. F.; SEDIYAMA, T.; MORAIS, O. M. Avaliação de clones de batata-doce em Vitória da Conquista. **Horticultura Brasileira**, v. 23, n. 4, p. 911-914, 2005.

CARDOSO, R. F. V.; GARCIA, E. L.; CARMO, E. L. do; MISCHAN, M. M.; LEONEL, M. Physical characteristics of potato flour from 'Ibituaçu' cv. under different extrusion parameters. **Ciência Rural**, v. 45, n. 12, p. 2245-2251, 2015.

CARMO, E. L. do; LEONEL, M. Composição físico-química e cor de clones de mandioquinha-salsa. **Energia na Agricultura**, v. 27, n.1, p. 62-81, 2012.

CARVALHO, A. V.; VASCONCELOS, M. A. M. de.; SILVA, P. A.; ASSIS, G. T.; ASCHERI, J. L. R. Caracterização tecnológica de extrusados de terceira geração à base de farinhas de mandioca e pupunha. **Ciência e Agrotecnologia**, v.34, n.4, p.995-1003, 2010.

CARVALHO, S. **Informações sobre mandioquinha-salsa**. Centro de Informação Agropecuária (Ciagro); Assessoria de Mercado e Comercialização (Asmec); Departamento Técnico Emater – MG (Detec). 2008.

CARVALHO, R. V.; ASCHERI, J. R. A.; CAL-VIDAL, J. Efeito dos parâmetros de extrusão nas propriedades físicas de pellets (3g) de misturas de farinhas de trigo, arroz e banana. **Ciência e Agrotecnologia**, v. 26, n. 5, p. 1006-1018, 2002.

CASTELLS, M.; MARIN, S.; SANCHIS, V.; RAMOS, A. J. Fate of mycotoxins in cereals during extrusion cooking: a review. **Food Additives and Contamination**, v. 22, n. 2, p. 150–157, 2005.

CAVALCANTE, M.; FERREIRA, P. V.; PAIXÃO, S. L.; COSTA da, J. G.; PEREIRA, R. G.; MADALENA, J. A. S. Potenciais produtivo e genético de clones de batata-doce. **Acta Scientiarum Agronomy**, v. 31, n. 3, p. 421-426, 2009.

CAVALLINI, C. M.; FRANCO, C. M. L. Effect of acid-ethanol treatment followed by ball milling on structural and physicochemical characteristics of cassava starch. **Starch/Stärke**, v. 62, p. 236-245, 2010.

CEAGESP – CENTRAL DE ABASTECIMENTO GERAL DO ESTADO DE SÃO PAULO. **Classificação da mandioca-salsa (batata-baroa, batata-salsa, batata-fiúza, batata-aipo, aipim-branco) Arracacia xanthorrhiza B.** São Paulo, v.1. 2002.

CEBALLOS, H.; SÁNCHEZ, T.; DENYER, K.; TOFIÑO, A. P.; ROSERO, E. A.; DUFOUR, D.; SMITH, A.; MORANTE, N.; PÉREZ, J. C.; FAHY, B. Induction and identification of a small-granule, high-amylose mutant in cassava (*Manihot esculenta* Crantz). **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 56, n. 16, p. 7215–7222, 2008.

CEBALLOS, H.; SÁNCHEZ, T.; MORANTE, N.; FREGENE, M.; DUFOUR, D.; SMITH, A.M.; DENYER, K.; PÉREZ, J. C.; CALLE, F.; MESTRES, C. Discovery of an amylose-free starch mutant in cassava (*Manihot esculenta* Crantz). **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 55, n. 18, p. 7469–7476, 2007.

CEREDA, M. P.; VILPOUX, O. F. **O amido com aplicação em produtos para alimentação saudável.** In: CEREDA, M.P.; VILPOUX, O.F. Tecnologia, usos e potencialidades de tuberosas amiláceas latino americanas. São Paulo: Fundação Cargill, 2003, cap. 12. p.246-332.

CHALÉAT, C.; HALLEY, P.; TRUSS, R. Mechanical properties of starch-based plastics. **Starch Polymers: From Genetic Engineering to Green Applications**, p. 189-209, 2014.

CHANDANASREE, D.; GUL, K.; RIAR, C. S. Effect of hydrocolloids and dry heat modification on physicochemical, thermal, pasting and morphological characteristics of cassava (*Manihot esculenta*) starch. **Food Hydrocolloids**, v. 52, p. 175-182, 2016.

CHARLES, A. L.; CATO, K.; HUANG, T- C.; CHANG, Y- H.; CIOU, J- Y.; CHANG, J- S.; LIN, H- H. Function properties of arrowroot starch in cassava and sweet potato composite starches. **Food Hydrocolloids**, v. 53, p. 187-191, 2016.

CHARLES, A. L.; CHANG, Y. H.; KO, W. C.; SRIROTH, K.; HUANG, T. C. Influence of amylopectin structure and amylose content on the gelling properties of five cultivars of cassava starches. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 53, n. 7, p. 2717–2725, 2005.

CHAROENKUL, N.; UTTAPAP, D.; PATHIPANAWAT, W.; TAKEDA, Y. Physicochemical characteristics of starches and flours from cassava varieties having

different cooked root textures. **LWT - Food Science and Technology**, v. 44, n. 8, p. 1774–1781, 2011.

CLERICI, M. T. P. S.; EL-DASH, A. A. Características tecnológicas de farinhas de arroz pré-gelatinizadas obtidas por extrusão termoplástica. **Ciência e Agrotecnologia**, v. 32, n. 5, p. 1543-1550, 2008.

COCHRAN, W. G.; COX, G. M. **Experimental designs**. 2nd ed. Oxford, England: John Wiley & Sons. p. 611, 1957.

CONDENSAN. **Promoción de Cultivos Andinos: “ Desarrollo de Agroindustrias y Mercados para la Arracacha”** (1999 -2001). Lima. Disponível em: <http://www.condesan.org/portal/sites/default/files/publicaciones/archivos/arracachaer99.PDF> . Acesso em: Nov. 2015.

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

COSTA, S. A. J. **Efeito das características granulométricas do Grits na produção de snacks de milho solúvel por extrusão**. Rio de Janeiro, 2004. 95p. Tese (Mestrado) – Instituto de Tecnologia. Curso de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro.

COUTINHO, A. P. C.; CABELLO, C. Caracterização reológica da fécula de mandioca. **Revista raízes e amidos tropicais**, Botucatu, v.1, outubro, p. 40-48, 2005.

COTTRELL, J. E.; DUFFUS, C. M.; PATERSON, L.; MACKAY, G. R. Properties of potato starch: effects of genotype and growing conditions. **Phytochemistry**, v. 40, n. 4, p. 1057-1064, 1995.

DAIUTO, E. R.; CEREDA, M. P. Influência da granulometria de grânulos de amido sobre a densidade aparente de extratos atomizados. **Revista de Ciências Farmacêuticas Básica e Aplicada**, v. 27, n. 1, p. 51-56, 2006.

DEFLOOR, I.; DEHING, I.; DELCOUR, J. A. Physico-chemical properties of cassava starch. **Starch–Stärke**, v. 50, n. 2-3, p. 58–64, 1998.

DEHABADI, L.; WILSON, L. D. Polysaccharide-based materials and their adsorption properties in aqueous solution. **Carbohydrate Polymers**, v. 113, p. 471–479, 2014.

DEMIATE, I. M.; PEDROSO, R. A. Avaliação da influência de amido e carragena nas características físico-químicas e sensoriais de presunto cozido de peru. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 28, n. 1, p. 24-31, 2008.

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.

DIAS, A. A. **Substitutos de gorduras aplicados em alimentos para fins especiais**. Monografia (Especialização em Tecnologia de Alimentos), Universidade de Brasília- UnB, 2007.

DING, Q.; AINSWORTH, P.; PLUNKETT, A.; TUCKER, G.; MARSON, H. The effect of extrusion conditions on the physicochemical properties and sensory characteristics of rice-base expanded snacks. **Journal of Food Engineering**, v. 73, n. 2, p. 142-148, 2006.

DING, Q. B.; AINSWORTH, P.; TUCKER, G.; MARSON, H. The effect of extrusion conditions on the physicochemical properties and sensory characteristics of rice-based expanded snacks. **Journal of Food Engineering**, v. 66, n. 3, p. 283-289, 2005.

DUTTA, H.; PAUL, S. K.; KALITA, D.; MAHANTA, C. L. Effect of acid concentration and treatment time on acid-alcohol modified jackfruit seed starch properties. **Food Chemistry**, v. 128, n. 2, p. 284-291, 2011.

EKE, J.; ACHINEWHU, S. C.; SANNI, L.; BARIMALAA, I. S.; MAZIYA-DIXON, B.; DIXON, A. Pasting, color, and granular properties of starches from local and improved cassava varieties in high rainfall region of Nigeria. **International Journal of Food Properties**, v. 12, n. 2, p. 438–449, 2009.

ELIASSON, A.C. **Starch in food – Structure, function and applications**. New York: Boca Raton, CRC, 2004. 605p.

EMBRAPA HORTALIÇAS. **Tabela de Composição Nutricional das Hortaliças**. (2011). Disponível em: https://www.embrapa.br/conteudo-web/-/asset_publisher/qSOH7UFjb2I7/content/composicao-nutricional-de-hortalicas/1355126. Acesso em: 2016.

EMBRAPA. **Batata-doce**. 2015. Disponível em http://www.cnph.embrapa.br/paginas/produtos/cultivares/batata_doce_varias.htm. Acesso em: 2016.

EMBRAPA. **Mandioca e Fruticultura**. Disponível em: http://sistemasdeproducao.cnptia.embrapa.br/FontesHTML/Mandioca/mandioca_apa/imp_ortancia.htm. Acesso em: 2016.

ENGLYST, H. N.; KINGMAN, S. M.; CUMMINGS, J. H. Classification and measurement of nutritionally important starch fractions. **European Journal of Clinical Nutrition**, v. 46, n. 2, S33-S50, 1992.

FABRI, E. G.; SIQUEIRA, M. V. B. M; BORGES, A.; MELO, P. C. T.; VEASEY, E. A.; SILVA, J. B. C. Variabilidade genética em batata-doce alaranjada com base em marcadores microsatélites. In: **CONGRESSO BRASILEIRO DE OLERICULTURA**, p. 48, 2008.

FAO - FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS. **Perspectivas Agrícolas no Brasil: desafios da agricultura brasileira 2015-2024**.

Disponível em: <https://www.fao.org.br/download/PA20142015CB.pdf>. Acesso em: 2015.

FAO Agriculture. **FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION**, 2011. Disponível em: <http://faostat.fao.org>. Acesso em: 2015.

FAO. **International year of the potato 2008. New light on a hidden treasure**. Rome: FAO, 2009. Disponível em: <http://www.potato2008.org/pdf/IYPbook-en.pdf>. Acesso em: 2015.

FAO. FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS. **Cassava: why cassava?** Rome: FAO, 2008. Disponível em: <http://www.fao.org/ag/agp/agpc/gcnds>. Acesso em: 2015.

FAOSTAT. On line database, FAO. 2015. Disponível em: <http://faostat3.fao.org/download/Q/QC/E>. Acesso em: 2015.

FAUBION, J. M.; HOSENEY, R. C. High-temperature short-time extrusion cooking of wheat starch and flour I. Effect of moisture and flour type on extrudate properties. **Cereal Chemistry**, v. 59, n. 6, p. 529-533, 1982.

FELLOWS, P. J. Tecnologia do processamento de alimentos: princípios e prática. 2ª ed., Porto Alegre: Artmed, p. 602, 2006.

FELTRAN, J. C.; FABRI, E. G. Batata-doce uma cultura versátil, porém subutilizada. **Nosso Alho**, n. 6, p. 28-31, 2010.

FERNANDES, A. M. Tecnologia de produção de batata-doce. **X Workshop sobre Tecnologia em Agroindústrias de Tuberosas Tropicais**. Centro de Raízes e Amidos Tropicais, Universidade Estadual Paulista – Faculdade de Ciências Agrônômicas, 2014.

FERNÁNDEZ-MUÑOZ, J. L. et al. Effect of calcium content in the corn flour on RVA profiles. **Journal of Food Engineering**, v. 102, n. 1, p. 100-103, 2011.

FERRARI, A. C.; LEONEL, M.; MISCHAN, M. M. Physical properties of snacks made from cassava leaf flour. **Semina: Ciências Agrárias**, v. 35, n. 1, p. 317-326, 2014.

FERREIRA, G. D. G.; OLIVEIRA, R. L.; CARDOSO, E. d. C.; MAGALHÃES, A. L. R.; BRITO, E. L. Valor nutritivo de co-produtos da mandioca. **Revista Brasileira de Saúde e Produção Animal**, v. 8, p. 364-374, 2008.

FERREIRA, R. E.; SOUZA, A. B.; SANTOS, J. R. U.; COLLARES-QUEIROZ, F. P.; STEEL, C. J. Chemical and morphological evaluation of starches from legumes and application of the extraction residues in expanded extruded snacks. **Alimentos e Nutrição**, v. 23, n. 2, p. 171-178, 2012.

FERREIRA, R. E.; CHANG, Y. K.; STEEL, C. J. Influence of wheat bran addition and of thermoplastic extrusion process parameters on physical properties of corn-based expanded extruded snacks. **Alimentos e Nutrição**, v. 22, n. 4, p. 507-520, 2011.

- FILHO, G. de A. F.; BAHIA, J. J.S. **Mandioca**. Disponível em: <http://www.ceplac.gov.br/radar/mandioca.htm>. Acesso em nov. 2015.
- FILLI, K. B.; NKAMA, I.; ABUBAKAR, U. M.; JIDEANI, V. A. Influence of extrusion variables on some functional properties of extruded millet-soybean for the manufacture of 'fura': A Nigerian traditional food. **African Journal of Food Science**, v. 46, n. 6, p. 342-352, 2010.
- FIORDA, F. A.; SOARES JR., M. S.; SILVA da, F. A.; MOURA de, C. M. A.; GROSSMANN, M. V. E. Physical quality of snacks and technological properties of pre-gelatinized flours formulated with cassava starch and dehydrated cassava bagasse as a function of extrusion variables. **LTW – Food Science and Technology**, v. 62, p. 1112-1119, 2015.
- FRANCK, H.; MESTRES, C.; NOËL, A.; BRIGITTE, P.; JOSEPH, H. D.; CORNET, D.; MATHURIN, N. C. Effects of cultivar and harvesting conditions (age, season) on the texture and taste of boiled cassava root. **Food Chemistry**, v.126, p.127-133, 2011.
- FRANCO, C. M. L.; WONG, K. S.; YOO, S.; JANE, J. Structural and functional characteristics of selected soft wheat starches. **Cereal Chemistry**, v. 79, n. 2, p. 243-248, 2002.
- FRANCO, C. M. L. DAINTO, E. R; DEMIATE, I. M.; CARVALHO, L. J. C; LEONEL, M; CEREDA, M. P.; VILPOUX, O. F; SARMENTO, S. B. S. **Culturas de Tuberosas Amiláceas Latino Americanas, Propriedades Gerais do Amido**. Campinas: Fundação Cargill, 2002
- FREITAS, T. S. de; LEONEL, M. Amido resistente em fécula de mandioca extrusada sob diferentes condições operacionais. **Alimentos e Nutrição**, v. 19, n. 2, p. 183-190, 2008.
- GARCIA, E. L.; LEONEL, M.; CARMO, E. Z. do; PÁDUA, J. G. de. Batata cv Pirassu como matéria prima industrial. **Revista Energia na Agricultura**, v. 29, n. 3, p. 220-227, 2014.
- GENKINA, N. K.; WIKMAN, J.; BERTOFT, E.; YURYEV, P. Effects of structural imperfection on gelatinization characteristics of amylopectin starches with A- and B-type crystallinity. **Biomacromolecules**, v. 8, n. 7, p. 2329-2335, 2007.
- GOMAND, S. V.; LAMBERTS, L.; DERDE, L. J.; GOESAERT, H.; VANDEPUTTE, G. E.; GODERIS, B., et al. Structural properties and gelatinization characteristics of potato and cassava starches and mutants thereof. **Food Hydrocolloids**, v. 24, n. 4, p. 307–317, 2010.
- GONÇALVES, M. F. V.; SARMENTO, S. B. S.; DIAS, C. T. dos S.; MARQUEZINI, N. Tratamento térmico do amido de batata-doce (*Ipomoea batatas* L) sob baixa umidade em micro-ondas. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 29, n. 2, p. 270-276, 2009.

GONÇALVES, S. Brasileira por adoção. **Globo Rural**, ano 19, n. 227, p. 60-64, 2004.

GÖNI, I et al. Analysis of resistant starch: a method for foods and food products. **Food Chemistry**, Amsterdam, v.56, p. 445-449, 1996.

GONZÁLEZ-SOTO, R. A.; MORA-ESCOBEDO, R.; HÉRNANDEZ-SÁNCHEZ, H.; SÁNCHEZ-RIVIERA, M.; BELLO-PÉREZ, L. A. Extrusion of banana starch: Characterization of the extrudates. **Journal and Food and Agriculture**, v. 87, p. 348-356, 2007.

GRANATE, M. J.; SEDIYAMA, M. A. N.; PINTO, F. de S. A.; SINVAL, W. N.; MASCARENHAS, M. H. T.; PÁDUA, J. G.; PUIATTI, M.; SILVA, D. J. H. da. Seleção de clones precoces e produtivos de mandioquinha-salsa para quatro regiões de Minas Gerais. **Revista da Associação Brasileira de Horticultura** (Journal of the Brazilian Association for Horticultural Science), v. 24, n. 1, p. 4. Suplemento CD Rom, 2006.

GUERREIRO, L. M. R. **Avaliação de Amidos nativos em condições de estresse adaptados ao processamento de alimentos**. 2002. Dissertação – Faculdade de Ciências Agrônômicas, Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Botucatu, 2002.

GUERREIRO, L. **Produtos extrusados para consumo humano, animal e industrial**. Dossiê Técnico – Rede de Tecnologia. 2007.

GUY, R. Raw materials for extrusion cooking. In: GUY, R. **Extrusion cooking**. Technologies and applications. Ed. CRC Press, England, p. 5-28, 2001b.

HAGENIMANA, A.; DING, X.; FANG, T. Evaluation of rice flour modified by extrusion cooking. **Journal of Cereal Science**, v. 43, p. 38-46, 2006.

HARPER, J. M. Extrusion processing of starch. In: ALEXANDER, R. J.; ZOBEL, HF. **Developments in carbohydrate chemistry**. American Association of Cereal Chemists, St. Paul, p. 37-64, 1994.

HENRIQUE, C. M.; CEREDA, M. P.; SARMENTO, S. B. S. Características físicas de filmes biodegradáveis produzidos a partir de amidos modificados de mandioca. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 28, n. 1, p. 231-240, 2008.

HENZ, G. P.; REIFSCHNEIDER, F. J. B. Formas de apresentação e embalagens de mandioquinha-salsa no varejo brasileiro. **Horticultura Brasileira**, v. 23, n. 1, p. 61-67, 2005.

HENZ, G. P.; REIFSCHNEIDER, F. J. B. Modernização das embalagens da mandioquinha-salsa e sua comercialização no atacado paulista. **Horticultura Brasileira**, v. 22, n. 4, p. 815-820, 2004.

HEREDIA ZÁRATE, N. A.; VIEIRA, M. do C.; GRACIANO, J. D.; FIGUEIREDO, P. G.; BLANS, N. B.; CURIONI, B. M. Produtividade de mandioquinha-salsa sob

diferentes densidades de plantio e tamanho das mudas. **Ciência e Agrotecnologia**, v. 33, n. 1, p. 139-143, 2009.

HERMINIO, D. B. C. **Produção, qualidade e conservação pós colheita de mandioca-salsa (*Arracacia xanthorrhiza* Bancroft) sob adubações mineral, orgânica e biodinâmica**. 2005. 68 f. Dissertação (Mestrado em Agronomia/Horticultura)-Faculdade de Ciências Agrônômicas, Universidade Estadual Paulista, Botucatu, 2005.

HIZUKURI, S. Towards an understanding of the fine structure of starch. **Denpun Kagaku**, v. 40, p. 133–140, 1993.

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

HOOVER, R.; HADZIYEV, D. Characterization of potato starch and its monoglyceride complexes. **Starch**, v. 33, p. 290-300, 1981.

HOWELER, R. H. Cassava mineral nutrition and utilization. In: HILLOCKS, R. J.; THRESH, J. M.; BELLOTTI, A. C. (Ed.). **Cassava: biology, production and utilization**. Wallingford: CABI, p.115-147, 2002.

HUANG, T- T.; ZHOU, D- N.; JIN, Z- Y.; XU, X- M.; CHEN, H- Q. Effect of repeated heat-moisture treatments on digestibility, physicochemical and structural properties of sweet potato starch. **Food Hydrocolloids**, v. 54, 202-210, 2016.

HUANG, J.; SHANG, Z.; MAN, J.; LIU, Q.; ZHU, C.; WEI, C. Comparison of molecular structures and functional properties of high-amylose starches from rice transgenic line and commercial maize. **Food Hydrocolloids**, v. 46, p. 172-179, 2015.

HUANG, J.; ZHAO, L.; MAN, J.; WANG, J.; ZHOU, W.; HUAI, H.; WEI, C. Comparison of physicochemical properties of B-type nontraditional starches from different sources. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 78, p. 165-172, 2015.

HUANG, T- T.; ZHOU, D- N.; JIN, Z- Y.; XU, X- M.; CHEN, H- Q. Effect of debranching and heat-moisture treatments on structural characteristics and digestibility of sweet potato starch. **Food Chemistry**, v. 187, p. 218-224, 2015.

HUBER, G. R. Snack foods from cooking extruders. In: LUSAS, E. W.; ROONEY, R. W. **Snack foods processing**. CRC Press, Boca Raton, p. 315-368, 2001.

IBGE – Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística. **Informativo: Produção Agrícola Municipal – Culturas Temporárias e Permanentes**. v. 37, 2010.

IKEGWU, O. J.; NWOBASI, V. N.; ODOH, M. O.; OLEDINMA, N. U. Evaluation of the pasting and some functional properties of starch isolated from some improved cassava varieties in Nigeria. **African Journal of Biotechnology**, v. 8, p. 2310 – 2315, 2009.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **ISO 6647**: norme internationale: riz determination de la teneur en amylose. Geneva, 4p, 1987.

INTERNATIONAL POTATO CENTER. Facts and figures about sweet potato.

<http://cipotato.org/sweetpotato/facts>. Acesso em: Jan. 2016.

JAMARILLO, G.; MORANTE, N.; PÉREZ, J. C.; CALLE, F.; CEBALLOS, H.; ARIAS, B.; BERLOTTI, A. C. Diallel analysis in cassava adapted to the midaltitude valleys environment. **Crop Science**, v. 45, n. 3, p. 1058-1063, 2005.

JANE, J. Current understanding on starch granule structures. **Journal of Applied Glycoscience**, v.53, p. 205-213, 2006.

JANE, J.; CHEN, Y. Y. Effects of amylose molecular size and amylopectin branch chain length on paste properties of starch. **Cereal Chemistry**, v. 69, p. 60–65, 1992.

JANG, E- H.; LEE, S- J.; HONG, J- Y.; CHUNG, H- J.; LEE, Y- T.; KANG, B- S.; LIM, S- T. Correlation between physicochemical properties of *japonica* and *indica* rice starches. **LWT – Food Science and Technology**, v. 66, p. 530-537, 2016.

JYOTHI, G. K.; RENJUSHA, M.; PADMAJA, G.; SAJEEV, M. S.; MOORTHY, S. N. Evaluation of nutritional and physico-mechanical characteristics of dietary fiber enriched sweet potato pasta. **European Food Research and Technology**, v. 234, p. 467–476, 2012

JYOTHI, G. K.; RENJUSHA, M.; PADMAJA, G.; SAJEEV, M. S.; MOORTHY, S. N. Nutritional and functional characteristics of protein fortified pasta from sweet potato. **Food and Nutrition Sciences**, v. 2, n. 9, p. 944–955, 2011.

JYOTHI, A. N.; SAJEEV, M. S.; SREEKUMAR, J. N. Hydrothermal modifications of tropical tuber starches. 1. Effect of Heat-Moisture Treatment on the Physicochemical, Rheological and Gelatinization Characteristics. **Starch/ Stärke**, n. 62, p. 28-40 2010.

KAUR, A.; SINGH, N.; EZEKIEL, R.; GURAYA, S. H. Physicochemical, thermal and pasting properties of starches separated from potato cultivars grown at different locations. **Food Chemistry**, v. 101, n. 2, p. 643-651, 2007.

KAUR, L.; SINGH, J.; MCCARTHY, O. J.; SINGH, H. Physico-chemical, rheological and structural properties of fractionated potato starches. **Journal of Food Engineering**, v. 82, p. 383–394, 2007.

KLJAK, K.; SÁRKA, E.; DOSTÁLEK, P.; SMRCKOVÁ, P.; GRBESA, D. Influence of physicochemical properties of Croatian maize hybrids on quality of extrusion cooking. **LWT – Food Science and Technology**, v. 60, p. 472-477, 2015.

KOZLOV, S. S.; BLENNOW, A.; KRIVANDIN, A. V.; YURYEV, V. P. Structural and thermodynamic properties of starches extracted from GBSS and GWD suppressed potato lines. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 40, p. 449–460, 2007a.

KRABBE, E. L.; LOIOLA, A. Perdas nutricionais durante a secagem do alimento extrusado. In: V SIMPÓSIO SOBRE NUTRIÇÃO DE ANIMAIS DE ESTIMAÇÃO, 2005. Campinas. **Anais...** Campinas: Colégio Brasileiro de Nutrição Animal, 2005, p. 115-120.

KUHN, K.; SCHLAUCH, S. Comparative study about commercially available starches for high shear and high temperature applications in food. **Starch/Stärke**, v. 46, n. 6, p. 208-218, 1994.

LABELL, F. **Modified tapioca starches provide smoother textures (Brief article)**, 2009. Disponível em: http://www.findarticles.com/p/articles/mi_m3289/is_3_169/ai_61759522. Acesso em: nov. 2013.

LAGARRIGUE, S.; ALVAREZ, G. The rheology of starch dispersions at high temperatures and high rates: a review. **Journal of Food Engineering**, v. 50, n. 4, p. 189-202, 2001.

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, 2016.

LAJOLO, F.M.; MENEZES, E.W. **Carboidratos em alimentos regionais Iberoamericanos**, SÃO PAULO: Universidade de São Paulo, 2006. 648p.

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, 2015.

LAN, H.; HOOVER, R.; JAYAKODY, L.; LIU, Q.; DONNER, E.; BAGE, M.; ASARE, E. K.; HUCL, P.; CHIBBAR, R. N. Impact of annealing on the molecular structure and physicochemical properties of normal, waxy and high amylose bread wheat starches. **Food Chemistry**, n. 111, n. 3, p. 663-675, 2008.

LAOHAPHATANALEART, K.; PIYACHOMKWAN, K.; SRIROTH, K.; BERTOFT, E. The fine structure of cassava starch amylopectin. Part 1: Organization of clusters. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 47, n. 3, p. 317–324, 2010.

LAWAL, O. S. Studies on the hydrothermal modifications of new cocoyam (*Xanthosoma sagittifolium*) starch. **International Journal of Biological Macromolecules**, n. 37, p. 268 – 277, 2005.

LEBOT, V. Tropical Root and Tubers Crops. **Soils, plant growth and production**, 2^{ed}, CAB international, p. 413, 2009.

LEE, K-M. et al. Physical and biochemical properties of maize hardness and extrudates of selected hybrids. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**. Davis, v.54, n. 12, p. 4260-4269, 2006.

LEONEL, M.; CARMO, E. L. do; FRANCO, C. M. L.; FERNANDES, A. M.; GARCIA, E. L.; SANTOS, T. P. R. dos. Peruvian carrot (*Arracacia xanthorrhiza* Bancroft) as raw material for producing special native starches. **Australian Journal of Crop Science**, v. 10, n. 8, 1151-1157, 2016.

LEONEL, M.; MARTINS, J. C.; MISCHAN, M. M. Produção de *snacks* funcionais à base de farinha de soja e polvilho azedo. **Ciência Rural**, v. 40, n. 6, p. 1418-1423, 2010.

LEONEL, M.; SOUZA, L. B. de; MISCHAN, M. M. Produção de *snacks* extrusados de polvilho doce e fibra de laranja. **Ciência Rural**, v. 40, n. 6, p. 1411-1417, 2010.

LEONEL, M.; FREITAS, T. S. de; MISCHAN, M. M. Physical characteristics of extruded cassava starch. **Scientia Agrícola**, v. 66, n. 4, p. 486-493, 2009.

LEONEL, M.; SARMENTO, S. B. S. Isolamento e caracterização do amido de mandioca-salsa (*Arracacia xanthorrhiza*). **Revista Raízes e Amidos Tropicais**, v. 4, p. 1-13, 2008.

LEONEL, M. Análise da forma e tamanho de grânulos de amidos de diferentes fontes botânicas. **Ciência e Tecnologia Alimentos**, v. 27, n. 3, p. 579-588, 2007.

LEONEL, M.; MISCHAN, M. M.; PINHO, S. Z. de; IATAURO, R. A.; DUARTE FILHO, J. Efeitos de parâmetros de extrusão nas propriedades físicas de produtos expandidos de inhame. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 26, n. 2, p. 459-464, 2006.

LERTWANAWATANA, P.; FRAZIER, R. A.; NIRANJAN, K. High pressure intensification of cassava resistant starch (RS3) yields. **Food Chemistry**, v. 181, p. 85-93, 2015.

LI, W.; BAI, Y.; MOUSAA, S. A. S.; ZHANG, Q.; SHEN, Q. Effect of high hydrostatic pressure on physicochemical and structural properties of rice starch. **Food and Bioprocess Technology**, v. 5, p. 2233–2241, 2012.

LI, W.; ZHANG, F.; LIU, P.; BAI, Y.; GAO, L.; SHEN, Q. Effect of high hydrostatic pressure on physicochemical, thermal and morphological properties of mung bean (*Vigna radiata* L.) starch. **Journal of Food Engineering**, v. 103, n. 4, p. 388–393, 2011.

LI, J. H.; VASANTHAN, T.; HOOVER, R.; ROSSNAGEL, B. G. Starch from hull-less barley: V. In-vitro susceptibility of waxy, normal, and high-amylose starches towards hydrolysis by alpha-amylases and amilogucosidase. **Food Chemistry**, v. 84, n. 4, p. 621-632, 2004.

- 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, 2004.
- LIU, W- C.; HALLEY, P. J.; GILBERT, R. G. Mechanism of degradation of starch, a highly branched polymer, during extrusion. **Macromolecules**, v. 43, p. 2855-2864, 2010.
- LOPES, E. S.; CASTILHO, L.; CLEMENTE, E. Influência do revestimento e da temperatura na qualidade de mandioca-salsa minimamente processada. **Revista Tecnológica**, edição especial, p. 49-56, 2011.
- LU, Y.; DING, Y.; WU, Q. Simultaneous saccharification of cassava starch and fermentation of algae for biodiesel production. **Journal of Applied Phycology**, v. 23, n. 1, p. 115–121, 2011.
- LUENGO, R. de F. A.; PARMAGNANI, R. M.; PARENTE, M. R.; LIMA, M. F. B. F. **Tabela de composição nutricional de hortaliças**. Embrapa Hortaliças, 2000.
- LUSTOSA, B. H. B.; LEONEL, M. Desenvolvimento de misturas instantâneas de mandioca e caseína: efeito do teor de proteína e parâmetros de extrusão sobre a viscosidade. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 30, n. 3, p. 693-699, 2010.
- LUSTOSA, B. H. B.; LEONEL, M.; MISCHAN, M. M. Parâmetros de extrusão na produção de *snacks* de farinha de mandioca enriquecidos com caseína. **Semina: Ciências Agrárias**, v. 31, n. 1, p. 109-126, 2010.
- LUSTOSA, B. H. B.; LEONEL, M.; LEITE, T. D.; FRANCO, C. M. L.; MISCHAN, M. M. Produção de farinha instantânea de mandioca: efeito das condições de extrusão sobre as propriedades térmicas e de pasta. **Acta Scientiarum. Technology**, v. 31, n. 2, p. 231-238, 2009.
- LYONS, P. H.; KERRY, J. F.; MORRISSEY, P. A.; BUCKLEY, D. B. The influence of added whey protein/carrageenan gels and tapioca starch on the textural properties of low fat pork sausages. **Meat Science**, v. 51, n. 1, p. 43-52, 1999.
- MADEIRA, N. R.; SANTOS, F. F.; SOURA, R. J. Desempenho de clones de mandioca-salsa (*Arracacia xanthorrhiza* Bancroft) na região de Lavras-MG. **Ciência e Agrotecnologia**, v. 26, n. 4, p. 711-718, 2002.
- MADRUGA, M. S.; DE ALBUQUERQUE, F. S.; SILVA, I. R.; DO AMARAL, D. S.; MAGNANI, M.; QUEIROGA NETO, V. Chemical, morphological and functional properties of Brazilian jackfruit (*Artocarpus heterophyllus* L.) seeds starch. **Food Chemistry**, v. 143, p. 440-445, 2014.
- MADSEN, M.; CHRISTENSEN, D.H. Changes in potato starch quality during growth. **Potato Reserch**, v.39, p.43-50, 1996.

MALAVOLTA, E.; VITTI, G. C.; OLIVEIRA, S. A. de. **Avaliação do estado nutricional das plantas**: Princípios e aplicações. 2.ed. Associação Brasileira para Pesquisa da Potassa e do Fosfato, 308p., 1997.

MAPA – MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO. Cultivares de batata-doce registradas. **Cultivarweb – Gerenciamento de Informação**, 2015. Acessado em: 2015. Disponível em: http://extranet.agricultura.gov.br/php/snpc/cultivarweb/cultivares_registradas.php.

MAPHALLA, T. G.; EMMAMBUX, M. N. Functionality of maize, wheat, teff and cassava starches with stearic acid and xanthan gum. **Carbohydrate Polymers**, v. 136, p. 970-978, 2016.

MARQUES, P. T. PÉRÉGO, C.; LE MEINS, J. F.; R. BORSALI, R.; SOLDI, V. Study of gelatinization process and viscoelastic properties of cassava starch: effect of sodium hydroxide and ethylene glycol diacrylate as cross-linking agent. **Carbohydrate Polymers**, v. 66, n. 3, p. 396-407, 2006.

MARZEC, A.; LEWICKI, P. P. Antiplasticization of cereal based products by water. Part I: extruded flat bread. **Journal of Food Engineering**, v.73, n.1, p.1-8, 2006.

MASKAN, M.; ALTAN, A. **Advances in food extrusion technology**. Boca Raton, CRC Press, 396 p., 2011.

MASSAUX, C.; SINDIC, M.; LENARTZ, J.; SINNAEVE, G.; BODSON, B.; FALISSE, A.; DARDENNE, P.; DEROANNE, C. Variations in physicochemical and functional properties of starches extracted from European soft wheat (*Triticum aestivum* L.): the importance to preserve the varietal identity. **Carbohydrate Polymers**, v. 71, n. 1, p. 32–41, 2008.

MATSUGUMA, L. S.; LACERDA, L. G.; SCHNITZLER, E.; CARVALHO FILHO, M. A. S.; FRANCO, C. M. L.; DEMIATE, I. M.. Characterization of native and oxidized starches of two varieties of Peruvian carrot (*ArracaciaXanthorrhiza*, B.) from two production areas of Paraná state, Brazil. **Brazilian Archives of Biology and Technology**, v. 52, n. 3, p. 701-713, 2009.

MBOUGUENG, P. D.; TENIN, D.; SCHER, J.; TCHIEGANG, C. Influence of acetylation on physicochemical, functional and thermal properties of potato and cassava starches. **Journal of Food Engineering**, v. 108, p. 320–326, 2012.

MBOUGUENG, P. D.; DZUDIE, T.; SCHER, J.; CLERGE, T. Physicochemical and functional properties of cultivars of Irish potato and cassava starches. **International Journal of Food Engineering**, v. 5, n. 5, 2009.

MEI, J- Q.; ZHOU, D- N.; JIN, Z- Y.; XU, X- M.; CHEN, H- Q. Effects of citric acid esterification on digestibility, structural and physicochemical properties of cassava starch. **Food Chemistry**, v. 187, p. 378-384, 2015.

MENEGASSI, B.; PILOSOFF, A. M. R.; ARÊAS, J. A. G. Comparison of properties of native and extruded amaranth (*Amaranthus cruentus* L. – BRS Alegria) flour. **LWT – Food Science and Technology**, v. 44, p. 1915-1921, 2011.

MENEGASSI, B.; LEONEL, M.; MISCHAN, M. M.; PINHO, S. Z. de. Efeito de parâmetros de extrusão na cor e propriedades de pasta da farinha de mandioca-salsa (*Arracacia xanthorrhiza*). **Ciência e Agrotecnologia**, v. 31, n. 6, p. 1780-1792, 2007.

MENON, R.; PADMAJA, G.; SAJEEV, M. S. Cooking behavior and starch digestibility of Nutriose (resistant starch) enriched noodles from sweet potato flour and starch. **Food Chemistry**, v. 182, p. 217-223, 2015.

MESQUITA, C. B.; LEONEL, M.; FRANCO, C. M. L.; LEONEL, S.; GARCIA, E. L.; SANTOS, T. P. R. dos. Characterization of banana starches obtained from cultivars grown in Brazil. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 89, p. 1-8, 2016.

MEZETTE, T. F.; CARVALHO, C. R. L.; MORGANO, M. A.; SILVA, M. G. da; PARRA, E. S. B.; GALERA, J. M. S. V.; VALLE, T. L. Seleção de clones-élite de mandioca de mesa visando a características agronômicas, tecnológicas e químicas. **Bragantia**, v. 68, n. 3, p. 601-609, 2009.

MISHRA, S.; RAI, T. Morphology and functional properties of corn, potato and tapioca starches. **Food Hydrocolloids**, v. 20, n. 5, p. 557–566, 2006.

MITCHEL, J. R.; AREAS, J. A. G. Structural changes in biopolymers during extrusion. In: KOKINI, J. L.; HO, C-T.; KARWE, M. V. **Food extrusion: science and technology**. Marcel Dekker, New York, p. 345-360, 1992.

MKUMBIRA, J.; CHIWONA-KARLTUN, L.; LANGERCRANTZ, U.; MAHUNGU, N. M.; SAKA, J.; MHONE, A.; BOKANGA, M.; BRIMER, L.; GULLBERG, U.; ROSLING, H. Classification of cassava into 'bitter' and 'cool' in Malawi: From farmers' perception to characterization by molecular markers. **Euphytica**, v.132, p.7-22, 2003.

MONTES, S. M. N. M.; FIRETTI, R.; GOLLA, A. R.; TARSITANO, M. A. A. Custos e rentabilidade da batata-doce (*Ipomoea batatas* L.) na Região Oeste do Estado de São Paulo. **Informações Econômicas**, v. 36, n. 4, p. 15-23, 2006.

MOORTHY, S. N.; WENHAM, J. E.; BLANSHARD, J. M. V. Effect of solvent extraction on the gelatinisation properties of flour and starch of five cassava varieties. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 72, p. 329–336, 1996.

MORAES, J.; ALVES, F. S.; FRANCO, C. M. L. Effect of ball milling on structural and physicochemical characteristics of cassava and Peruvian carrot starches. **Starch–Stärke**, v. 65, p. 200–209, 2013.

MOURA, L. S. de M.; ASCHERI, J. L. R. Efeitos das variáveis de extrusão sobre propriedades de pasta de farinhas pré-gelatinizadas de arroz (*Oryza sativae* L.)

feijão (*Phaseolus vulgaris* L.) e milho (*Zea mays* L.). **Alimentos e Nutrição - Brazilian Journal Food Nutrition**, v. 24, n. 1, p. 101-113, 2013.

MUKHOPADHYAY, S. K., CHATTOPADHYAY, A., CHAKRABORTY, I.; BHATTACHARYA, I. Crops that feed the world 5. Sweet potato. Sweet potatoes for income and food security. **Food Security**, v. 3, n. 3, p. 283-305, 2011.

MURAKAMI, F. Y. **Impacto da adição de água no processo de extrusão sobre a digestibilidade e propriedades físico-químicas da dieta para cães**. 2010. 37 f. Dissertação (Mestrado em Ciências Veterinárias) – Universidade Federal do Paraná, Paraná, 2010.

MWETA, D. E.; LABUSCHAGNE, M. T.; BONNET, S.; SWARTS, J.; SAKA, J. D. K. Isolation and physicochemical characterization of starch from cocoyam (*Colocasia esculenta*) grown in Malawi. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 90, n. 11, p. 1886–1896, 2010.

NASSAR, N. M. A.; HASHIMOTO, D. Y. C.; FERNANDES, S. D. C. Wild Manihot species: botanical aspects, geographic distribution and economic value. **Genetics and Molecular Research**, v. 7, n. 1 p. 16-28, 2008.

NODA, T.; KOTTEARACHCHI, N. S.; TSUDA, S.; MORI, M.; TAKIGAWA, S.; MATSUURA-ENDO, C.; KIM, S-J.; HASHIMOTO, N.; YAMAUCHI, H. Starch phosphorus content in potato (*Solanum tuberosum* L.) cultivars and its effect on other starch properties. **Carbohydrate Polymers**, v. 68, p. 793-796, 2007.

NODA, T.; TSUDA, S.; MORI, M.; TAKIGAWA, S.; MATSUURA-ENDO, C.; KIM, S-J.; HASHIMOTO, N.; YAMAUCHI, H. Determination of the phosphorus content in potato starch using an energy-dispersive X-ray fluorescence method. **Food Chemistry**, v. 95, p. 632-637, 2006.

NODA, T.; TSUDA, S.; MORI, M.; TAKIGAWA, S.; MATSUURA-ENDO, C.; SAITO, K.; HETTI, W.; MANGALIKA, A.; HANAOKA, A.; SUZUKI, Y.; YAMAUCHI, H. The effects of harvest dates on the starch properties of various potato cultivars. **Food Chemistry**, v. 86, p. 119-125, 2004.

NUNES, A. R. A.; FERNANDES, A. M.; LEONEL, M.; GARCIA, E. L.; MAGOLBO, L. A.; CARMO, E. L. do. Nitrogênio no crescimento da planta e na qualidade de raízes de mandiocinha-salsa. **Ciência Rural**, v. 46, n. 2, p. 242-247, 2016.

NUNES, E. E.; VILLAS BOAS, E. V. de B.; PICCOLI, R. H.; XISTO, A. L. R. P.; VILLAS BOAS, B. M. Efeito de diferentes temperaturas na qualidade de mandiocinha-salsa minimamente processada. **Horticultura Brasileira**, v. 28, n. 3, p. 311-315, 2010.

NUNES, L. B.; SANTOS, W. de J.; CRUZ, R. S.. Rendimento de Extração e Caracterização Química e Funcional de Féculas de Mandioca da Região do Semi-Árido Baiano. **Alimentos e Nutrição - Brazilian Journal of Food and Nutrition**, v.20, n.1, p. 129-134, 2009.

NWOKOCHA, L. M.; AVIARA, N. A.; SENAN, C.; WILLIAMS, P. A. A comparative study of some properties of cassava (*Manihot esculenta*, Crantz) and cocoyam (*Colocasia esculenta*, Linn) starches. **Carbohydrate Polymers**, v. 76, 362–367, 2009.

OIKONOMOU, N. A.; KROKIDA, M. K. Water absorption index and water solubility index prediction for extruded food products. **International Journal of Food Properties**, v.15, n.1, p. 157-168, 2012.

OLIVEIRA, D. M.; GONDIM, P. C.; SILVA, O. P. R.; OLIVEIRA, A. N. P.; GONDIM, S. C.; SILVA, J. A. Produção e teor de amido da batata-doce em cultivo sob adubação com matéria orgânica. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola Ambiental**, v. 17, n. 8, p. 830-834, 2013.

OLIVEIRA, M. M.; TRIBST, A. A. L.; LEITE JÚNIOR, B. R. de C.; OLIVEIRA, R. A.; CRISTIANINI, M. Effects of high pressure processing on cocoyan, peruvian carrot, and sweet potato: Changes in microstructure, physical characteristics, starch, and drying rate. **Innovative Food Science and Emerging Technologies**, v. 31, p. 45-53, 2015.

OLSEN, K. M.; SCHAAL, B. A. Evidence on the origin of cassava: Phylogeographer of *Manihot esculenta*. **Proceedings of the National Academy of Sciences (USA)**, v.96, p.5586-5591, 1999.

ONITILLO, M. O.; SANI, L. O.; DANIEL, I.; MAZIYA-DIXON. Physicochemical and functional properties of native starches from cassava varieties in Southwest Nigeria. **Journal of Food, Agriculture and Environment**, v. 5, n. 3-4, p. 108-114, 2007(a).

OTTERBACH, J. C. H. Processo de transformação de plásticos por extrusão de filmes tubulares. Dossiê Técnico. **Serviço Brasileiro de Respostas Técnicas**, 2011.

OVANDO-MARTINEZ, M.; AYERDI, S. S.; ACEVEDO, A. E.; GONI, I.; PEREZ, L. A. B. Unripe banana flour as an ingredient to increase the undigestible carbohydrates of pasta. **Food Chemistry**, v. 113, n. 1, p. 121–126, 2009.

PÁDUA, J. G. Produção de batata e mandiocinha-salsa visando o processamento industrial. **Revista Raízes e Amidos Tropicais**, v. 6, p. 147-161, 2010.

PARK, I.; KIM, S-H.; CHUNG, I-M.; SHOEMAKER, C. F. Effect of amylopectin long chains on measured amylose content and their correlation with pasting properties. **Starch/Stärke**, v. 65, p. 227-235, 2013.

PEDROSA, M. W. Hortaliças não convencionais. Prudente de Moraes: EPAMIG-DPPU, 22 p., 2011.

PEPE, L. da S. **Impacto do tratamento térmico com baixa umidade sobre as características físico-químicas e reológicas de amidos de mandioca, araruta e mandiocinha-salsa**. Dissertação (Universidade Estadual Paulista – Instituto de Biociências, Letras e Ciências Exatas, São José do Rio Preto/SP), 64 p., 2011.

PESTANA, T. C.; CASTRO, G. H. F. Potencial da rama de mandioca para uso na alimentação de ruminantes: Revisão. **PubVet**, v. 9, n. 10, p. 457-466, 2015.

PÉREZ, S.; BERTOFT, E. The molecular structures of starch components and their contribution to the architecture of starch granules: A comprehensive review. **Starch-Stärke**, v. 62, n. 8, p. 389-420, 2010.

PEREZ, S.; BALDWIN, P. M.; GALLANT, D. J. Structural features of starch granules I. In: BEMILLER, J.; WHISTLER, R. **Starch: chemistry and technology**. Burlington: Academic Press. 2009. p. 149-192. 3a. ed.

PERONI, F. H. G.; ROCHA, T. S.; FRANCO, C. M. L. Some structural and physicochemical of tuber and root starches. **Food Science and Technology International**, v. 12, n. 6, p. 505-513, 2006.

PFB - PORTAL FATOR BRASIL. **Mandioquinha-salsa: orgânica, saudável e versátil**, 2008. Disponível em: http://www.revistafator.com.br/ver_noticia.php?not=23168. Acesso em: nov. 2015.

PINTO, P. H. M. **Tratamento de manipueira de feccularia em biodigestor anaeróbio para disposição em corpo receptor, rede pública ou uso em fertirrigação**. Dissertação (Mestrado em Agronomia). Faculdade de Ciências Agrônômicas da Unesp- Campus de Botucatu. 101 f, 2008.

PORTZ, A.; MARTINS, C. A. C.; LIMA, E.; ZONTA, E. Teores e acúmulo de nutrientes durante o ciclo da mandioquinha-salsa em função da aplicação de nitrogênio, fósforo e potássio. **Horticultura Brasileira**, v. 24, n. 3, p. 329-333, 2006.

RATNAYAKE, W. S.; JACKSON, D. S. A new insight into the gelatinization process of native starches. **Carbohydrate Polymers**, v. 67, n. 4, p. 511-529, 2007.

REN, G- Y.; LI, D.; WANG, L- J.; ÖZKAN, N.; MAO, Z- H. Morphological properties and thermoanalysis of micronized cassava starch. **Carbohydrate Polymers**, v. 79, n. 1, p. 101-105, 2010.

RENJUSHA, M.; PADMAJA, G.; SAJEEV, M. S. Ultrastructural and Starch Digestibility Characteristics of Sweet Potato Spaghetti: Effects of Edible Gums and Fibers. **International Journal of Food Properties**, v. 18, n. 6, p. 1231-1247, 2015.

RENGSUTTHI, K.; CHAROENREIN, S. Physico-chemical properties of jackfruit seed starch (*Artocarpus heterophyllus*) and its application as a thickener and stabilizer in chilli sauce. **LWT - Food Science and Technology**, v. 44, n. 5, p. 1309-1313, 2011.

RESCHSTEINER, M. S.; CABELLO, C. Produção, digestibilidade e amido resistente em biscoitos extrusados a partir de farinha de fécula de batata-doce e mandioca. **Revista Energia na Agricultura**, v. 22, n. 2, p. 51-68, 2007.

ROCHA, T. S.; CUNHA, V. A. G.; JANE, J.-L.; FRANCO, C. M. L. Structural characterization of Peruvian carrot (*Arracacia xanthorrhiza*) starch and the effect of

annealing on its semicrystalline structure. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 59, p. 4208-4216, 2011.

ROCHA, T. S.; CARNEIRO, A. P. A.; FRANCO, C. M. L. Effect of enzymatic hydrolysis on some physicochemical properties of root and tuber granular starches. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 30, n.2, p. 000-000, 2010.

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

ROESLER, P. V. S. O.; GOMES, S. D.; MORO, E.; KUMMER, A. C. B.; CEREDA, M. P. Produção e qualidade de raiz tuberosa de cultivares de batata-doce no oeste do Paraná. **Acta Scientiarum Agronomy**, v. 30, n. 1, p. 117-122, 2008.

ROLLAND-SABATE, A.; SANCHEZ, T.; BULÉON, A.; COLONNA, P.; CEBALLOS, H.; ZHAO, S. S.; ZHANG, P.; DUFOUR, D. Molecular and supra-molecular structure of waxy starches developed from cassava (*Manihot esculenta* Crantz). **Carbohydrate Polymers**, v. 92, n. 2, p. 1451–1462, 2013.

ROLLAND-SABATE, A.; SANCHEZ, T.; BULÉON, A.; COLONNA, P.; JAILLAIS, B.; CEBALLOS, H.; DUFOUR, D. Structural characterization of novel cassava starches with low and high-amylose contents in comparison with other commercial sources. **Food Hydrocolloids**, v. 27, n. 1, p. 161–174, 2012.

ROSA, E. C. da; SANTOS, V. F. dos; BROGNOLI, R. **Curso tecnologia de extrusão de filmes tubulares**. Esteio: Escola de Educação Profissional SENAI Nilo Bettanin. Material didático, 2006.

SAENGCHAN, K.; NOPHARATANA, M.; LERDLATTAPORN, R.; SONGKASIRI, W. Enhancement of starch-pulp separation in centrifugal-filtration process: Effects of particle size and variety of cassava root on free starch granule separation. **Food and Bioproducts Processing**, v. 95, p. 208-217, 2015.

SAJILATA, M. G.; SHINGAL, R. S.; KULKARNI, P. R. Resistant starch – A review. **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety**, v. 5, p. 1-17, 2006.

SALATA, C. C.; LEONEL, M.; TROMBINI, F. R. M.; MISCHAN, M. M. Extrusion of blends of cassava leaves and cassava flour: Physical characteristics of extrudates. **Food Science and Technology**, v. 34, n. 3, p. 501-514, 2014.

SÁNCHEZ, T.; SALCEDO, E.; CEBALLOS, H.; DUFOUR, D.; MAFLA, G.; MORANTE, N.; CALLE, F.; PÉREZ, J. C.; DEBOUCK, D.; JARAMILLO, G.; MORENO, I. X. Screening of starch quality traits in cassava (*Manihot esculenta* Crantz). **Starch/Stärke**, v. 61, n. 1, p. 12–19, 2009.

SANDHU, K. S.; SINGH, N.; LIM, S. T. A comparison of native and acid thinned normal and waxy corn starches: Physicochemical, thermal, morphological and pasting properties. **Lebensmittel-Wissenschaft & Technologie**, v. 40, p. 1527-1536, 2007.

SANTOS, F. F. VII Encontro Nacional da Mandioquinha-salsa e I Seminário de Integração do Fumo, Milho e Mandioquinha-salsa - Apresentação. **Horticultura Brasileira**, v. 18, n. 3, p. 244, 2000. Especial.

SARAWONG, C.; SCHOENLECHNER, R.; SEKIGUCHI, K.; BERGHOFER, E.; NG, P. K. W. Effect of extrusion cooking on the physicochemical properties, resistant starch, phenolic content and antioxidant capacities of green banana flour. **Food Chemistry**, v. 143, p.33-39, 2014.

SARKO, A; WU, H. C. The crystal structures of A-, B- and C- polymorphs of amylose and starch. **Starch/Stärke**, v. 30, n. 3, p. 73-78, 1978.

SCHOCH, J. T. Swelling power and solubility of granular starches. In: WHISTLER, L. R., SMITH, J. R., BEMILLER, N. J. (Eds.). **Methods in Carbohydrate Chemistry**. London: Academic Press, 1964. pp. 106-113.

SEBIO, L. **Desenvolvimento de plástico biodegradável a base de amido de milho e gelatina pelo processo de extrusão: Avaliação das propriedades mecânicas, térmicas e de barreira**. Tese para obtenção do título de doutor. Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas – UNICAMP, Campinas. 2003.

SEBIO, L. **Efeito de alguns parâmetros operacionais de extrusão nas propriedades físico-químicas da farinha de inhame (*Discorea rotundata*)**. Dissertação para obtenção do título de mestre. Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas – UNICAMP, Campinas. 106p., 1996.

SEDIYAMA, M. A. N.; SANTOS, M. R.; ALBANEZ, A. C. M. P.; RIBEIRO, J. M. O.; GRANATE, M. J.; VIDIGAL, S. M. Agrosilício na produção de clones de mandioquinha-salsa. **Acta Scientiarum Agronomy**, v.31, n. 3, p.427-432, 2009.

SEDIYAMA, M. A. N. et al. Cultura da mandioquinha-salsa ou batata-baroa. **Boletim Técnico da Empresa de Pesquisa Agropecuária de Minas Gerais**, v. 77, 2005. 28 p.

SHARMA, P.; GUJRAL, H. S. Extrusion of hulled barley affecting β -glucan and properties of extrudates. **Food Bioprocess Technology**, v. 6, p. 1374-1389, 2013.

SHEN, X. L.; WU, J. M.; CHEN, Y.; ZHAO, G. Antimicrobial and physical properties of sweet potato starch films incorporated with potassium sorbate or chitosan. **Food Hydrocolloids**, v. 24, n. 4, p. 285-290, 2010.

SHIH, M –C.; KUO, C –C.; CHIANG, W. Effects of drying and extrusion on colour, chemical composition, antioxidant activities and mitogenic response of spleen lymphocytes of sweet potatoes. **Food Chemistry**, v. 117, p. 114-121, 2009.

SILVA, G. O.; SUINAGA, F. A.; PONIJALEKI, R.; AMARO, G. B. Desempenho de cultivares de batata-doce para caracteres relacionados com o rendimento de raiz. **Revista Ceres**, v. 62, n. 4, p. 379-383, 2015.

SILVA, G. O.; PONIJALEKI, R.; SUINAGA, F. A. Divergência genética entre acessos de batata-doce utilizando caracteres fenotípicos de raiz. **Horticultura Brasileira**, v. 30, p. 595-599, 2012.

SILVA, P. A.; ASSIS, G. T.; CARVALHO, A. V.; SIMÕES, M. G. Desenvolvimento e caracterização de cereal matinal extrudado de mandioca enriquecido com concentrado proteico de soro de leite. **Brazilian Journal of Food Technology**, v.14, n.4, p.260-266, 2011.

SILVA, G. O.; TAKIZAWA, F. F.; PEDROSO, R. A.; FRANCO, C. M. L.; LEONEL, M.; SARMENTO, S. B. S.; DEMIATE, I. M. Características físico-químicas de amidos modificados de grau alimentício comercializado no Brasil. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 26, n. 1, p. 188-197, 2006.

SIMSEK, S.; OVANDO-MARTINEZ, M.; MAREFATI, A.; SJÖÖ, M.; RAYNER, M. Chemical composition, digestibility and emulsification properties of octenyl succinic esters of various starches. **Food Research International**, v. 75, p. 41-49, 2015.

SINGH, B.; SEKHON, K. S.; SINGH, N. Effects of moisture, temperature and level of pea grits on extrusion behavior and product characteristics of rice. **Food Chemistry**, v. 100, n. 1, p. 198-202, 2007.

SINGH, S.; GAMILATH, S.; WAKELING, L. Nutritional aspects of food extrusion: a review. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 42, n. 8, p. 916-929, 2007.

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

SOUZA, L. B. de; LEONEL, M. Efeito da concentração de fibra e parâmetros operacionais de extrusão sobre as propriedades de pasta de misturas de mandioca e polpa cítrica. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v.30, n.3, p.686-692, 2010.

SOUZA, T. C. R.; AGUIAR, J. L. P.; LÔBO, C. F. **A importância da Mandioca**. Mandioca no Cerrado: Orientações Técnicas. Embrapa Cerrados, p. 14-23, 2011.

SOUZA, L. B.; LEONEL, M.; MISCHAN, M. M. Efeito dos parâmetros de extrusão nas propriedades físicas de extrusados de misturas de fécula de mandioca e polpa cítrica. **Alimentos e Nutrição**, v. 18, n. 1, p. 83-91, 2007.

SPINELLO, A. M.; LEONEL, M.; MISCHAN, M. M.; CARMO, E. Z. do. Cassava and turmeric flour blends as new raw materials to extruded snacks. **Ciência e Agrotecnologia**, v. 38, n. 1, p. 68-75, 2014.

SRICHUWONG, S.; SUNARTI, T. C.; MISHIMA, T.; ISONO, N.; HISAMATSU, M. Starches from different botanical sources I: Contribution of amylopectin fine structure to thermal properties and enzyme digestibility. **Carbohydrate Polymers**, v. 60, n. 4, p. 529-538, 2005.

SRIRIOTH, K.; LAMCHAIYAPHUM, B.; PIAYCHOMKWAN, K. Present situation and future potential of cassava in Thailand. Disponível em: <http://www.cassava.org/doc/>, 2007. Acesso em nov. 2013.

STOJCESKA, V.; AINSWORTH, P.; PLUNKETT, A.; IBANOGLU, S. The effect of extrusion cooking using different water feed rates on the quality of ready-to-eat snacks made from by-products. **Food Chemistry**, v. 114, p. 226-232, 2009.

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, 2013.

TAKIZAWA, F. F.; SILVA, G. de O. da; KONKEL, F. E.; DEMIATE, I. M. Characterization of tropical starches modified with potassium permanganate and lactic acid. **Brazilian Archives of Biology and Technology**, v. 47, n. 6, p.921-931, 2004.

TAWIL, G.; VIKSØ-NIELSEN, A.; ROLLAND-SABATÉ, A.; COLONNA, P.; BULÉON, A. In depth study of a new highly efficient raw starch hydrolyzing α -amylase from *Rhizomucor* sp. **Biomacromolecules**, v. 12, p. 34–42, 2011.

TEBA, C. da S.; ASCHERI, J. L. R.; CARVALHO, C. W. P. de. Efeito dos parâmetros de extrusão sobre as propriedades de pasta de massas alimentícias pré-cozidas de arroz e feijão. **Alimentos e Nutrição**, v. 20, n. 3, p. 411-426, 2009.

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

TETCHI, F. A.; ROLLAND-SABATÉ, A.; AMANI, G. N. G.; COLONNA, P. Molecular and physicochemical characterization of starches from yam, cocoyam, cassava, sweet potato and ginger produced in the Ivory Coast. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 87, p. 1906-1916, 2007.

THANYASIRIWAT, T.; SRAPHET, S.; WHANKAEW, S.; BOONSENG, O.; BAO, J.; LIGHTFOOT, D. A.; TANGPHATSORNRUANG, S.; TRIWITAYAKORN, K. Quantitative trait loci and candidate genes associated with starch pasting viscosity characteristics in cassava (*Manihot esculenta* Crantz). **Plant Biology**, v. 16, n. 1, p. 197–207, 2014.

THAO, H. M.; NOOMHORM, A. Physicochemical properties of sweet potato and mung bean starch and their blends for noodle production. **Journal of Food Processing & Technology**, v. 2, n. 1, 2011.

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

TIRONI, L. F.; UHLMANN, L. O.; STRECK, N. A.; SAMBORANHA, F. K.; FREITAS, C. P. de O. de; SILVA, M. R. da. Desempenho de cultivares de mandioca em ambiente subtropical. **Bragantia**, v. 74, n. 1, p. 58-66, 2015.

TROMBINI, F. R. M.; MISCHAN, M. M.; LEONEL, M. Instant blend from cassava derivatives produced by extrusion. **Ciência Rural**, v. 46, n. 3, p. 573-579, 2016.

TROMBINI, F. R. M.; LEONEL, M.; MISCHAN, M. M. Características físicas, reológicas e sensorial de produtos extrusados de misturas de farinha de maracujá e fécula de mandioca. **Ciência Rural**, v. 43, n. 10, p. 1885-1891, 2013.

TROMBINI, F. R. M.; LEONEL, M.; MISCHAN, M. M. Desenvolvimento de *snacks* extrusados a partir de misturas de farinha de soja, fécula e farelo de mandioca. **Ciência Rural**, v. 43, n. 1, p. 178-184, 2013.

VALLE, T. L.; CARVALHO, C. R.; RAMOS, M. T. B.; MÜHLEN, O. V. V. Conteúdo cianogênico em progênies de mandioca originadas do cruzamento de variedades mansas e bravas. **Bragantia**, v.63, p.221- 226, 2004.

VALLONS, K. J. R.; RYAN, L. A. M.; ARENDT, E. K. Pressure-induced gelatinization of starch in excess water. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v. 54, p. 399–409, 2014.

VANDEPUTTE, G. E.; DELCOUR, J. A. From sucrose to starch granule to starch physical behavior: a focus on rice starch. **Carbohydrate Polymers**, v. 58, p. 245-266, 2004.

VAN DER BURGT, Y. E. M.; BERGSMA, J.; BLEEKER, I. P.; MIJLAND, P. J. H. C.; KAMERLING, J. P.; VLIEGENHART, J. F. G. Structural studies on methylated starch granules. **Starch/Stärke**, v. 52, n. 2-3, p. 40-43, 2000.

VARGAS-SOLÓRZANO, J. W.; CARVALHO, C. W. P.; TAKEITI, C. Y.; ASCHERI, J. L. R.; QUEIROZ, V. A. V. Physicochemical properties of expanded extrudates from colored sorghum genotypes. **Food Research International**, v.55, p.37-44, 2014.

VEASEY, E. A.; BORGES, A.; ROSA, M. S.; QUEIROZ-SILVA, JR.; BRESSAN, E. A.; PERONI, N. Genetic diversity in Brazilian sweet potato (*Ipomoea batatas* (L.) Lam., Solanales, Convolvulaceae) landraces assessed with microsatellite markers. **Genetics and Molecular Biology**, v. 31, p. 725-733, 2008.

VERNAZA, M. G.; CHANG, Y. K.; STELL, C. J. Efeito do teor de maracujá e da umidade e temperatura de extrusão no desenvolvimento de cereal matinal funcional orgânico. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 12, n. 2, p. 145-154, 2009.

VIEIRA, F. C.; SARMENTO, S. B. S. Heat-moisture treatment and enzymatic digestibility of Peruvian carrot, sweet potato and ginger starches. **Starch/ Stärke**, v. 60, p. 223-232, 2008.

WANG, S.; WANG, J.; YU, J.; WANG, S. A comparative study of annealing of waxy, normal and high-amylose maize starches: The role of amylose molecules. **Food Chemistry**, v. 164, p. 332-338, 2014.

WANG, S. J.; COPELAND, L. Molecular disassembly of starch granules during gelatinization and its effect on starch digestibility: A review. **Food & Function**, v. 4, p.1564–1580, 2013b.

WANG, S. J.; COPELAND, L. Effect of alkali treatment on structure and function of pea starch granules. **Food Chemistry**, v. 135, n. 3, p. 1635–1642, 2012a.

WANI, A. A.; SINGH, P.; SHAH, M. A.; SCHWEIGGERT-WEISZ, U.; GUL, K.; WANI, I. A. Rice starch diversity: effects on structural, morphological, thermal and physicochemical properties: a review. **Comprehensive Reviews in Food Science & Food Safety**, v. 11, n. 5, p. 417-436, 2012.

WARAMBOI, J. G.; DENNIEN, S.; GIDLEY, M. J.; SOPADE, P. A. Characterisation of sweetpotato from Papua New Guinea and Australia: Physicochemical, pasting and gelatinization properties. **Food Chemistry**, v. 126, 1759-1770, 2011.

WEBER, F. H.; COLLARES-QUEIROZ, F. P.; CHANG, Y. K. Caracterização físico-química, reológica, morfológica e térmica dos amidos de milho normal, ceroso e com alto teor de amilose. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 29, n. 4, p. 748-753, 2009.

WESTBY, A. Cassava utilization, storage and small-scale processing. In: HILLOCKS, R. G.; THRESH, J. M.; BELLOTTI, A. C. (Ed.). **Cassava: biology, production and utilization**. Chapter 14. CAB International, p. 281-200, 2002.

WOOLFE, J. A. Chemical composition. In: Sweet potato: an untapped food resource. New York: Cambridge University Press, Chap.2, p. 41-117, 2003

WORLD BANK. **World Development Indicators**. Banco Mundial, Washington, DC. 2014. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1596/978-1-4648-0163-1>.

YAGCI, S.; GOGUS, F. Response surface methodology for evaluation of physical and functional properties of extruded snack foods developed from food – by – products. **Journal of Food Engineering**, v. 86, n. 1, p. 122–132, 2008.

YANG, S.-H., PENG, J., LUI, W.-B., LIN, J. Effects of adlay species and rice flour ratio on the physicochemical properties and texture characteristic of adlay-based extrudates. **Journal of Food Engineering**, v.84, n. 3, p. 489–494, 2008

YOO, S. H.; PERERA, C.; SHEN, J.; YE, L.; SUH, D. S.; JANE, J. L. Molecular structure of selected tuber and root starches and effect of amylopectin structure on their physical properties. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 57, p. 1556 - 1564, 2009.

YOU, S. Y.; LIM, S. T.; LEE, J. H.; CHUNG, H. J. Impact of molecular and crystalline structures on *in vitro* digestibility of waxy rice starches. **Carbohydrate Polymers**, v. 112, p. 729–735, 2014.

YU, L.; CHRISTIE, G. Microstructure and mechanical properties of orientated thermoplastic starches. **Journal of Materials Science**, v. 40, n. 1, p. 111-116, 2005.

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

ZHANG, Y.; HUANG, Z.; YANG, C.; HUANG, A.; HU, H.; GONG, Z.; SUN, G.; HUANG, K. Material properties of partially pregelatinized cassava starch prepared by mechanical activation. **Starch–Stärke**, v. 65, n. 5-6, p. 461–468, 2013.

ZHAO, J.; SCHOLS, H. A.; CHEN, Z.; JIN, Z.; BUWALDA, P.; GRUPPEN, H. Effects of granule size of cross-linked and hydroxypropylated sweet potato starches on their physicochemical properties. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 63, n. 18, p. 4646–4654, 2015.

ZHAO, S. S.; DUFOUR, D.; SÁNCHEZ, T.; CEBALLOS, H.; ZHANG, P. Development of waxy cassava with different biological and physico-chemical characteristics of starches for industrial applications. **Biotechnology and Bioengineering**, v. 108, n. 8, p. 1925–1935, 2011.

ZHU, F. Composition, structure, physicochemical properties, and modifications of cassava starch. **Carbohydrate Polymers**, v. 122, p. 456-480, 2015.

ZHU, L. J.; LIU, Q. Q.; WILSON, J. D.; GU, M. H.; SHI, Y. C. Digestibility and physicochemical properties of rice (*Oryza sativa* L.) flours and starches differing in amylose content. **Carbohydrate Polymers**, v. 86, n. 4, p. 1751–1759, 2011.

ZHU, F.; YANG, X.; CAI, Y.-J.; BERTOFT, E.; CORKE, H. Physicochemical properties of sweet potato starch. **Starch/Stärke**, v. 63, p. 249-259, 2010.

ZHU, F.; WANG, S. Physicochemical properties, molecular structure, and uses of sweet potato starch. **Trends in Food Science & Technology**, v. 36, p. 68–78, 2014.