

UNIVERSIDADE FEDERAL DO AMAZONAS
FACULDADE DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E ENGENHARIA DE MATERIAIS

AMANDA VASCONCELOS FARIAS

CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES DO AMIDO DA CRUEIRA DE
MANDIOCA (*Manihot esculenta crantz*) ISOLADO POR DIFERENTES MÉTODOS DE
EXTRAÇÃO

MANAUS - AM

2022

AMANDA VASCONCELOS FARIAS

**CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES DO AMIDO DA CRUEIRA DE
MANDIOCA (*Manihot esculenta crantz*) ISOLADO POR DIFERENTES MÉTODOS
DE EXTRAÇÃO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais (PPGCEM) da Universidade Federal do Amazonas (UFAM), como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais.

ORIENTADOR: PROF. DR. LIZANDRO MANZATO

MANAUS - AM

2022

Ficha Catalográfica

Ficha catalográfica elaborada automaticamente de acordo com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

Farias, Amanda Vasconcelos

F224c Caracterização das propriedades do amido da crueira de mandioca (*Manihot esculenta crantz*) isolado por diferentes métodos de extração / Amanda Vasconcelos Farias . 2022
84 f.: il. color; 31 cm.

Orientador: Lizandro Manzato
Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) -
Universidade Federal do Amazonas.

1. Extração de amido. 2. Crueira. 3. Propriedades. 4. Mandioca. I.
Manzato, Lizandro. II. Universidade Federal do Amazonas III. Título

AMANDA VASCONCELOS FARIAS

**CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES DO AMIDO DA CRUEIRA DE
MANDIOCA (*Manihot esculenta crantz*) ISOLADO POR DIFERENTES MÉTODOS
DE EXTRAÇÃO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais da Universidade Federal do Amazonas, sob orientação do Prof. Dr. Lizandro Manzato como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais.

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Lizandro Manzato - UFAM

Prof. Dr. Pedro Henrique Campelo - UFAM

Prof. Dr. Ivanei Ferreira Pinheiro - UNICAMP

MANAUS - AM

2022

*Aos meus pais, Pedro e Cristina, e as minhas
irmãs, Raphaella e Livia por serem meu suporte
e incentivadores dos meus sonhos.
A minha avó Elizabete e tia Cida (in memoriam)*

AGRADECIMENTOS

À Deus pelo dom da vida e por ter me dado força e coragem para superar os desafios ao longo do desenvolvimento desse mestrado.

Aos meus pais, Maria Cristina Vasconcelos Farias e Pedro de Almeida Farias, por sempre acreditarem em mim, no meu potencial e por não me deixarem desamparada nos momentos complicados.

As minhas irmãs, Raphaella Vasconcelos Farias e Lívia Vasconcelos Farias, por terem me ajudado sempre ao decorrer da minha vida acadêmica e por terem me escutado e aconselhado quando o caminho se tornou difícil.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Lizando Manzato, por não ter desistido de mim e ter me dado mais uma oportunidade de continuar a caminhada. Além disso, todo o suporte que seu laboratório pode me proporcionar, sem isso o caminho seria muito mais complicado.

Ao Programa de Pós-graduação em Ciência e Engenharia de Materiais – PPGCEM pela oportunidade concedida.

Ao Laboratório de Síntese e Caracterização de Nanomateriais – LSCN, laboratório associado ao SisNANO (Processo CNPq 442601/2019-0), pela estrutura concedida e pelo ambiente que se tornou minha casa nesse período.

Aos amigos e colegas de trabalho, Ju, Igor, Marcus, Rodrigo, Jéssica, Mateus, Marcella, Robson, Wanison, Caique, Erica e Maria Tereza, pelos conselhos e momentos de descontração, mas principalmente pela força nos momentos difíceis e por terem tornado minha vida mais leve.

Em especial, Marcus e Igor por terem me ensinado, auxiliado e por fazerem esse trabalho se concretizar. São exemplos de profissionais, o conhecimento e esperteza que me proporcionaram eu vou levar em minha memória. Arrisco dizer que sem essas duas pessoas teria sido uma missão quase impossível o desenvolvimento deste trabalho.

Ao técnico William por todo suporte prestado ao longo desse trabalho.

A todos os professores pela disponibilização e por terem ministrado aula em meio a uma pandemia. Em especial, ao professor Pedro Henrique por conceder um padrão importante para a determinação da análise de amilose.

Aos meus amigos que fazem parte da minha vida, alegrando-a e que me ajudaram a chegar até aqui contribuindo para a minha formação pessoal. Em especial Thayná, Tainan e Keite.

Muito Obrigada!

RESUMO

No processo de produção da farinha de mandioca (*Manihot esculenta crantz*) são gerados muitos resíduos e um deles é a crueira, um resíduo sólido proveniente da etapa de peneiramento com elevado teor de amido. Existe uma grande procura por novas fontes de amido devido as necessidades mercadológicas. Assim, a crueira de mandioca é um que ainda não possui muitas aplicações, sendo descartado no meio ambiente sem nenhum tipo de tratamento prévio. A extração do amido desse resíduo é uma alternativa de agregar valor e uma fonte potencial aos amidos não convencionais. O estudo de métodos de extração de amido é de extrema importância, pois influencia diretamente suas principais características, as quais por sua vez apresentam potencial de melhor aproveitamento destes e possibilitam novas aplicações. Desta forma, o objetivo do estudo foi avaliar a influência de diferentes métodos de extrações, ácida (AAC), alcalina (ABS) e aquosa (AH) do amido da crueira em relação às suas propriedades físico-químicas, térmicas, morfológicas e funcionais. A composição química da crueira mostrou o potencial do resíduo para extração de amido, possuindo baixo teor de cinzas, lipídios e alto teor de amido 1,12, 0,82, e 80,26 g/100 g, respectivamente. Os amidos extraídos pelos métodos AAC, ABS e AH tiveram rendimento prático de extração equivalente a 49,39, 56,02 e 43,97%, respectivamente, superior aos comparados com outras fontes como feijão-verde e frutos de pupunheira. Em relação a composição centesimal, foi possível afirmar que houve redução no teor cinzas e lipídios dos amidos da crueira devido aos métodos de isolamento empregados. Todos os amidos obtidos apresentaram teor de amilose classificados como do tipo normal. A cor também é influenciada pelos métodos de extração, destacando o parâmetro de luminosidade que apresentou, para os três amidos, L* superior a 80. Por meio da microscopia eletrônica de varredura, foi possível observar que o amido ABS se diferenciou do AAC e AH, apresentando grânulos rachados. Além disso, o padrão de difração de raios X confirmou sua estrutura cristalina tipo A. O maior grau de cristalinidade foi para o AAC (45,96%). As propriedades térmicas foram obtidas através da análise termogravimétrica, destacando-se o ABS que obteve menor temperatura de decomposição (448,15°C). De modo geral, os métodos de extração empregados ocasionaram em propriedades diferentes nos amidos, afirmando a importância de estudar os métodos de extração, apresentando potencial para futuras aplicações industriais, tais como: embalagens, espumas, sacolas, produtos biodegradáveis em geral etc.

Palavras-chave: extração de amido, crueira, propriedades, mandioca

ABSTRACT

In the production process of cassava flour, the crueira is generated from the sieving stage with high starch content. There is a demand for new sources of starch market needs. Thus, the cassava raw is one that still does not have many applications, being discarded in the environment without any kind of previous treatment. The extraction of starch from this residue is an alternative to add value and a potential source to unconventional starches. The study of starch extraction methods is extremely important, as it directly influences its main characteristics, which in turn have the potential to better use them and enable new applications. Thus, the objective of the study was to evaluate the influence of different extraction methods, acidic (AAC), alkaline (ABS) and aqueous (AH) of raw starch in relation to its physicochemical, thermal, morphological and functional properties. The chemical composition of crueira, showed the potential of the residue for extraction of starch, having low ash, lipid and high starch content 1.12, 0.82, and 80.26 g/100 g respectively. Starches extracted by the AAC, ABS and AH methods had yields of 49.39, 56.02 and 43.97%, respectively, higher than compared to other sources with Yard-long bean and peach palm fruits. Regarding the proximate composition, it was possible to affirm that there was a reduction in the ash and lipid content of the raw starches due to the isolation methods used. All starches obtained showed amylose content classified as normal. The color is also influenced by the extraction methods, highlighting the luminosity parameter that presented, for the three starches, L^* greater than 80. Through the scanning electron microscopy, it was possible to observe that the ABS starch differed from the AAC and AH, presenting cracked granules. Furthermore, the x-ray diffractometry pattern confirmed its type A crystal structure. The highest degree of crystallinity was for the AAC (45.96%). The thermal properties were obtained through thermogravimetric analysis, highlighting ABS, which had a lower decomposition temperature (448.15°C). In general, the extraction methods used resulted in different properties in the starches, affirming the importance of studying the extraction methods, presenting potential for future industrial applications, such as: packaging, foams, bags, biodegradable products in general, etc.

Keywords: starch extraction, crueira, properties, cassava

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Evolução da produção de raiz de mandioca no Brasil.	17
Figura 2 - Fluxograma do processo de produção de farinha de mandioca e seus resíduos gerados.	20
Figura 3 - Fórmula estrutural da (a) amilose e (b) amilopectina.	23
Figura 4 - Esquemática da estrutura do grânulo de amido.	24
Figura 5 - Padrões de cristalinidade da mandioca (tipo A), mandioquinha-salsa (tipo B) e batata (tipo Ca).	26
Figura 6 - Fases do amido durante a gelatinização e retrogradação.	29
Figura 7 – Relação de artigos de pesquisa nos últimos 10 anos com o termo “starch extraction”.	37
Figura 8 – Crueira de mandioca.	38
Figura 9 – Esquema de desenvolvimento do trabalho.	39
Figura 10 – Etapas gerais do processo de extração do amido da crueira: AAC, ABS e AH. ..	42
Figura 11 – Curva padrão de absorvância de amilose.	53
Figura 12 - Amido da crueira de mandioca extraído com água (AH), solução de ácido cítrico (AAC) e bissulfito de sódio (ABS).	55
Figura 13 – Micrografias e histogramas de frequência do tamanho dos grânulos da crueira e dos amidos obtidos pelo processo AH, ABS e AAC. Os resultados são mostrados pela porcentagem relativa de partículas de um diâmetro. Imagens de microscopia eletrônica de varredura: (a) AH; (b) ABS; (c) AH; (d) Crueira.	57
Figura 14 - Padrão de difração de raios X de diferentes extrações da crueira. Os números entre parênteses indicam o grau de cristalinidade.	60
Figura 15 – Espectros de FTIR da crueira e dos amidos obtidos de cada tipo de extração.	62
Figura 16 – Espectro de FTIR dos diferentes métodos de extração do amido da crueira. Mostrando deconvolução das bandas 1047, 1022 e 995cm ⁻¹ . Sendo (a) AAC; (b) ABS (c) AH.	63
Figura 17 – Curvas TG/DTG dos amidos da crueira de mandioca obtidos por três diferentes procedimentos de extração de amido.	64

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Caracterização físico-química da crueira.	21
Tabela 2 - Morfologia granular observada pelo MEV de diferentes fontes botânicas de amido.	25
Tabela 3 - Faixa de temperatura de gelatinização para o amido de diferentes espécies botânicas.	28
Tabela 4 – Caracterização da composição físico-química da crueira de mandioca.	48
Tabela 5 – Rendimento das extrações de amido pelos métodos AAC, ABS e AH.....	49
Tabela 6 - Propriedades físico-químicas e o teor de amilose dos amidos isolados da crueira de mandioca.....	51
Tabela 7 – Parâmetros de luminosidade dos amidos extraídos da crueira por diferentes métodos (AH, AAC e ABS).....	55
Tabela 8 – Comparação dos resultados obtidos da cristalinidade neste trabalho com outras fontes de amido.....	61
Tabela 9 - Posições dos picos e suas largura à meia altura para as extrações dos amidos.....	61
Tabela 10 – Dados das curvas TG/DTG dos amidos isolados da crueira.....	65

LISTA DE SÍMBOLOS, ABREVIACÕES E NOMENCLATURAS

% - Porcentagem

μm - Micrômetro

AAC - Extração Ácida

ABS - Extração Alcalina

AH - Extração Aquosa

CH_4 - Metano

CO - Monóxido de carbono

CO_2 - Dióxido de carbono / gás carbônico

DRX - Difração de raios X

DTG - Termogravimetria derivada

FTIR - Infravermelho com Transformada de Fourier

g - gramas

h - hora

H^+ - Íon hidrogênio

HCl - Ácido Clorídrico

HCN - Ácido Cianídrico

Kg - Quilograma

m - Metro

mA - Miliampere

MEV - Microscopia Eletrônica de Varredura

mm - Milímetros

Na^+ - Íon sódio

NaOH - Hidróxido de sódio

nm - Nanômetros

P - Peso

PPGCEM - Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais

SO_2 - Dióxido de enxofre

Tg - Transição Vítrea

TG - Termogravimetria

T_m - Temperatura de Fusão

v - Volume

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	14
2 OBJETIVOS	16
2.1 OBJETIVO GERAL.....	16
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	16
3 REVISÃO DA LITERATURA	17
3.1 MANDIOCA	17
3.1.1 Crueira	20
3.2 AMIDO: CARACTERÍSTICAS GERAIS.....	22
3.2.1 Poder de inchamento e solubilidade	26
3.2.2 Gelatinização	27
3.2.3 Retrogradação	28
3.3 NOVAS FONTES DE AMIDO E POTENCIAL DE APLICAÇÃO	30
3.4 EXTRAÇÃO DE AMIDO	32
4 MATERIAIS E MÉTODOS	38
4.1 MATÉRIA-PRIMA UTILIZADA	38
4.2 ETAPAS DO PROCESSO	38
4.3 PREPARO DO MATERIAL.....	39
4.4 CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DA CRUEIRA	40
4.4.1 Teor de umidade	40
4.4.2 Determinação do pH	40
4.4.3 Determinação do teor de cinzas	40
4.4.4 Determinação do teor de lipídios	40
4.4.5 Determinação do teor de amido	41
4.5 MÉTODOS DE EXTRAÇÃO DO AMIDO DA CRUEIRA	41
4.5.1 Extração por via aquosa	43
4.5.2 Extração com Bissulfito de sódio (NaHSO₃)	43
4.5.3 Extração ácida	43
4.6 RENDIMENTO.....	44
4.7 CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA E ESTRUTURAL DO AMIDO DA CRUEIRA	44
4.7.1 Determinação do teor de amilose por UV-Vis	44
4.7.2 Amilopectina	45

4.7.3 Determinação de cor	45
4.7.4 Difração de raios X	45
4.7.5 Espectroscopia de infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)	46
4.7.6 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	46
4.8 PROPRIEDADES TÉRMICAS DO AMIDO	46
4.9 ANÁLISE ESTATÍSTICA	47
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	48
5.1 PARÂMETROS FÍSICO-QUÍMICOS DA CRUEIRA DE MANDIOCA	48
5.2 RENDIMENTO DA EXTRAÇÃO DO AMIDO DA CRUEIRA DE MANDIOCA	49
5.3 COMPOSIÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DOS AMIDOS DA CRUIERA DE MANDIOCA .	50
5.3.1 Teor de amilose e amilopectina	53
5.4 PARÂMETROS INSTRUMENTAIS DA COR DO AMIDO	54
5.5 CARACTERÍSTICA MORFOLÓGICA E ESTRUTURA CRISTALINA DOS AMIDOS OBTIDOS PELO ISOLAMENTO DA CRUEIRA	56
5.5.1 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)	56
5.5.2 Difração de raios X	59
5.6 ESPECTROSCOPIA NO INFRAVERMELHA POR TRANSFORMADA DE FOURIER	61
5.7 ANÁLISE TÉRMICA	64
6 CONCLUSÃO	68
7 TRABALHOS FUTUROS	70
8 REFERÊNCIAS	71

1 INTRODUÇÃO

Em todo o mundo, milhões de toneladas de resíduos agrícolas são gerados anualmente na forma de alimentos que podem ser ricos em compostos como celulose, hemicelulose, lignina e amido. Atualmente, há uma demanda global para reduzir o desperdício desses alimentos para diminuir o impacto ambiental causado por eles. O Objetivo de Desenvolvimento Sustentável 12.5 foca em reduzir substancialmente a geração desses resíduos por meio da prevenção, redução, reciclagem e reuso de possíveis matérias-primas até o ano de 2030. Deste modo, é indispensável alinhar o desenvolvimento sustentável com pesquisas científicas para propor soluções de reaproveitamento desses resíduos seguindo os três pilares do desenvolvimento sustentável: econômico, social e ambiental (UNGER; RAZZA, 2018).

As raízes de mandioca são ricas em amido e grande parte de sua produção é destinada à fabricação da fécula e farinha (ABASS *et al.*, 2013; WORLDDATLAS, 2017). No processo de produção da farinha de mandioca são gerados muitos resíduos e um deles é a crueira, um resíduo sólido proveniente da etapa de peneiramento, além de ser extremamente nutritivo destacando o alto percentual de amido (82 %) e estrutura fibrosa em sua composição (NEVES; BROETTO; MARCHESE, 2008; ROCHA *et al.*, 2016). A crueira já foi utilizada para a fabricação de etanol de segunda geração, cogumelos e biscoitos, porém este resíduo ainda não foi aproveitado para a produção de amido. Nas farinheiras, parte desse subproduto é utilizado na alimentação de animais, porém em sua maioria não é reaproveitado sendo descartado no meio ambiente de forma inadequada. Estudos mostram que uma tonelada de mandioca produz 80 kg de crueira, variando de acordo com o processo. Assim, o reaproveitamento desse resíduo é importante, pois contribui para a redução do acúmulo de resíduos orgânicos, minimizando o impacto ambiental e aumentando seu valor econômico (ARAÚJO *et al.*, 2014; NEVES; BROETTO; MARCHESE, 2008; SILVA *et al.*, 2017).

O amido é um importante polissacarídeo natural de reserva energética, sendo também o segundo carboidrato mais abundante no mundo, encontrado em grãos de cereais, leguminosas, tubérculos etc. O amido é composto principalmente por macromoléculas de amilose e amilopectina. Este produto possui aplicações industriais para diferentes finalidades nas indústrias alimentícia, farmacêutica, têxtil, biomédica e biotecnológica (OMOREGIE EGHAREVBA, 2020). A maioria dos amidos do mundo são extraídos de fontes tradicionais, como milho, trigo, arroz, batata e mandioca, o que pode levar à competição da indústria e dos seres humanos por esses alimentos (HÜTTNER KRINGEL *et al.*, 2020; WIJAYA *et al.*, 2019).

Estima-se que a produção de amido nativo puro alcance 156,5 milhões de toneladas antes de 2025, incentivado principalmente pela diversidade de aplicações nas indústrias. Ainda que ocorra a predominância no consumo das fontes convencionais de amido, a utilização de novas matérias-primas não convencionais pode proporcionar a redução de custo nas indústrias, além de proporcionar novos amidos com propriedades diferentes e únicas. Além disso, a busca por alimentos com baixo índice glicêmico cresce o desejo por amidos provenientes de matéria-prima não convencionais (DEREJE, 2021; MAKROO *et al.*, 2021).

Diferentes fontes de amido precisam de um processo de extração adequado, dependendo da fonte vegetal e do seu uso, pois os processos de isolamento do amido afetam principalmente suas propriedades físico-químicas, morfológicas, funcionais, térmicas e estruturais (ESTRADA-LEÓN *et al.*, 2016; VILPOUX; BRITO; CEREDA, 2019). Existem vários métodos de isolamento de amido, a extração aquosa é a mais utilizada e ecologicamente correta envolvendo as etapas de moagem, separação de fibras, suspensão, centrifugação, purificação e secagem, porém, não faz grandes alterações na fonte vegetal utilizada (LI *et al.*, 2021; MANIGLIA; TAPIA-BLÁCIDO, 2016; PIRES *et al.*, 2021; SALGADO-ORDOSGOITIA *et al.*, 2018).

Algumas fontes de amido requerem mais etapas ou o uso de reagentes químicos, como métodos ácidos e alcalinos. Esses métodos auxiliam na liberação de amido quando relacionado a proteínas e fibras (MANIGLIA; TAPIA-BLÁCIDO, 2016). Assim, é muito importante determinar o método de separação adequado, que obtenha amido de alta qualidade, ou seja, com menor teor de cinzas, lipídios e proteínas e com um ótimo rendimento.

A questão ambiental é um dos pilares para explorar outras fontes de amido com o objetivo de reaproveitamento de resíduos e utilização de subprodutos. Além disso, os amidos obtidos de fontes não convencionais possuem grande disponibilidade e vantagens tecnológicas sobre os amidos convencionais. A crueira é um resíduo inexplorado em termos de extração de amido, o alto teor desse polissacarídeo presente em sua composição chama grande atenção para o isolamento dele. Diante do exposto, este trabalho estudou o efeito de diferentes métodos de isolamento incluindo maceração aquosa (AH), alcalina (ABS) e ácida (AAC). Os amidos foram caracterizados para determinar a influência do tratamento em algumas das propriedades físico-químicas, térmicas e estruturais.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

- Avaliar o potencial da crueira como matéria-prima para extração de amido e o efeito de diferentes métodos de extração, incluindo maceração aquosa (AH), ácida (AAC) e alcalina (ABS), nas diferentes propriedades do amido da crueira de mandioca.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Caracterizar a matéria-prima (crueira), quanto à composição físico-química;
- Extrair amido da crueira por processos diferentes e caracterizá-los quanto a composição centesimal e físico-química;
- Realizar a caracterização estrutural e morfológica dos amidos obtidos;
- Analisar o comportamento térmico do amido da crueira através de análises térmicas TG/DTG.

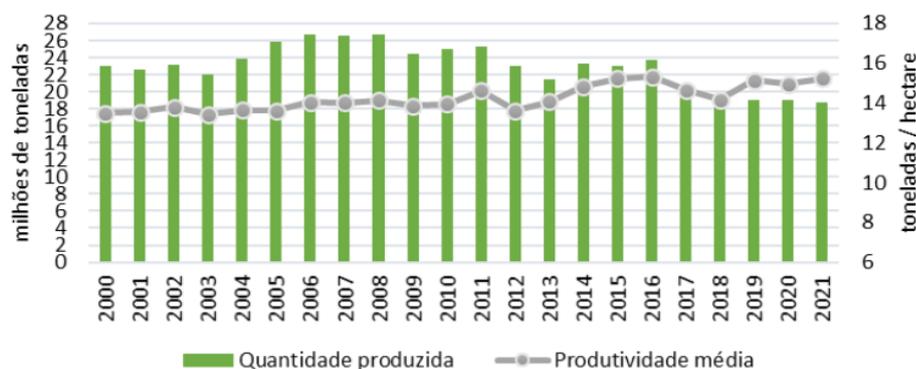
3 REVISÃO DA LITERATURA

3.1 MANDIOCA

A mandioca (*Manihot esculenta cranz*) é uma espécie perene pertencente à família das *Euphorbiaceae*, uma das maiores Angiospermas, englobando mais de 300 gêneros e aproximadamente 7.500 espécies. Originada na América do Sul, *Manihot* é o único gênero cultivado que possui destaque econômico, estudos apontam que foi encontrado pelos povos residentes em torno da Floresta amazônica e do Cerrado, onde tornou-se alimento base das comunidades indígenas (FUKUDA, 2006; VALLE; LORENZI, 2014). Com a colonização, ela se propagou pelo mundo produzindo grande variabilidade genética, devido a fácil adaptabilidade a diversos ambientes, possibilitando sua exploração em diferentes regiões onde a cultura desempenha papel influente nos sistemas de produção agrícola (ROCHA *et al.*, 2016).

Conhecida como uma das principais fontes de carboidratos na alimentação humana, a produção mundial de mandioca praticamente não oscila e é cultivada em mais de 80 países, chegando a produzir em torno de 256 milhões de toneladas por ano, sendo Nigéria, Tailândia, Indonésia e Brasil, os maiores produtores (WORLDDATLAS, 2017). No Brasil, estima-se que a produção será de 18,7 milhões de toneladas, colhidas em uma área de 1,23 milhão de hectares, no ano de 2021 (CONAB, 2021; TIRONE *et al.*, 2015). A Figura 1 apresenta a evolução da produção de raiz de mandioca no Brasil, mostrando que houve uma pequena queda nos últimos 5 anos, devido à redução na área plantada. Apesar deste fato a procura pela mandioca no ano de 2021 aumentou, em razão do preço do dólar e da fécula tailandesa, na época, estarem em alta (CONAB, 2021).

Figura 1 - Evolução da produção de raiz de mandioca no Brasil.



Fonte: CONAB (2021)

Sua estrutura morfológica alterna de acordo com o genótipo. Algumas plantas exibem caule ereto, outras ramificados podendo conter até quatro hastes, essas diferenças morfológicas podem influenciar no crescimento e desenvolvimento de diferentes tipos de mandioca (FUKUDA, 2006). A raiz é a parte mais importante da planta sendo utilizada na alimentação humana e de animais (RONKO; TRAVALINI; DEMIATE, 2020; EMBRAPA, 2018).

As espécies de mandioca, denominada também de aipim e macaxeira, podem ser classificadas em relação as características de toxicidade das raízes, dividindo-as em duas categorias: amarga ou brava (tóxica) e mandioca mansa (não tóxica) também conhecida como de mesa (WESTBY, 2002). A grande diferença está no amargor que a espécie brava apresenta, pois libera alta quantidade de ácido cianídrico (HCN), substância extremamente tóxica e volátil a temperatura de 26 °C. A eliminação dessa substância é feita através da secagem ao sol ou por equipamentos secadores (COURSEY; HALLIDAY, 1974). As espécies bravas são usadas na produção de farinha, amido/fécula e outros produtos industriais, já as mansas, que possuem em torno de 10mg de HCN a cada 100g de polpa crua, são aproveitadas na produção de farinha e seus derivados, porém podem ser consumidas como alimento. A mandioca mansa é destinada à comercialização *in natura*, na forma congelada e pré-cozida (RAGAGNIN, 2021; RONKO; TRAVALINI; DEMIATE, 2020).

Em termos de informações nutricionais, as raízes de mandioca são ricas em amido e seus subprodutos e qualidade da raiz variam de acordo com o ciclo vegetativo, época da colheita, idade da planta, região plantada e das condições meteorológicas. Conforme sua matéria bruta e de como é processada, a taxa de nutrição dos subprodutos da raiz da mandioca pode variar em razão das porcentagens de amido (KOBBLITZ, 2011).

Há mais de quatro mil espécies de mandioca catalogadas, em torno de 80% da produção é destinada à indústria de farinha e os outros 20% vão para as fecularias. Na produção de farinha, as fábricas são conhecidas como “Casas de Farinha”, essas estruturas foram crescendo e agregando-se as comunidades rurais, sem regulamentação nos órgãos fiscalizadores tornando-se uma atividade informal, não contribuindo com taxas de instalação e operação (SOARES, 2007; APRILE; PARENTE; BOUVY, 2004). Porém, já existem iniciativas visando a certificação das casas de farinha como produtores regionais para preservação desse patrimônio econômico. A farinha de mandioca também é alimento base da população amazonense, sendo seu cultivo de extrema importância socioeconômica, ao gerar renda, às agroindústrias oferecem possibilidade dos seus trabalhadores permanecerem em sua cidade de origem, diminuindo o êxodo rural (PEIXOTO; WARNER, 1993).

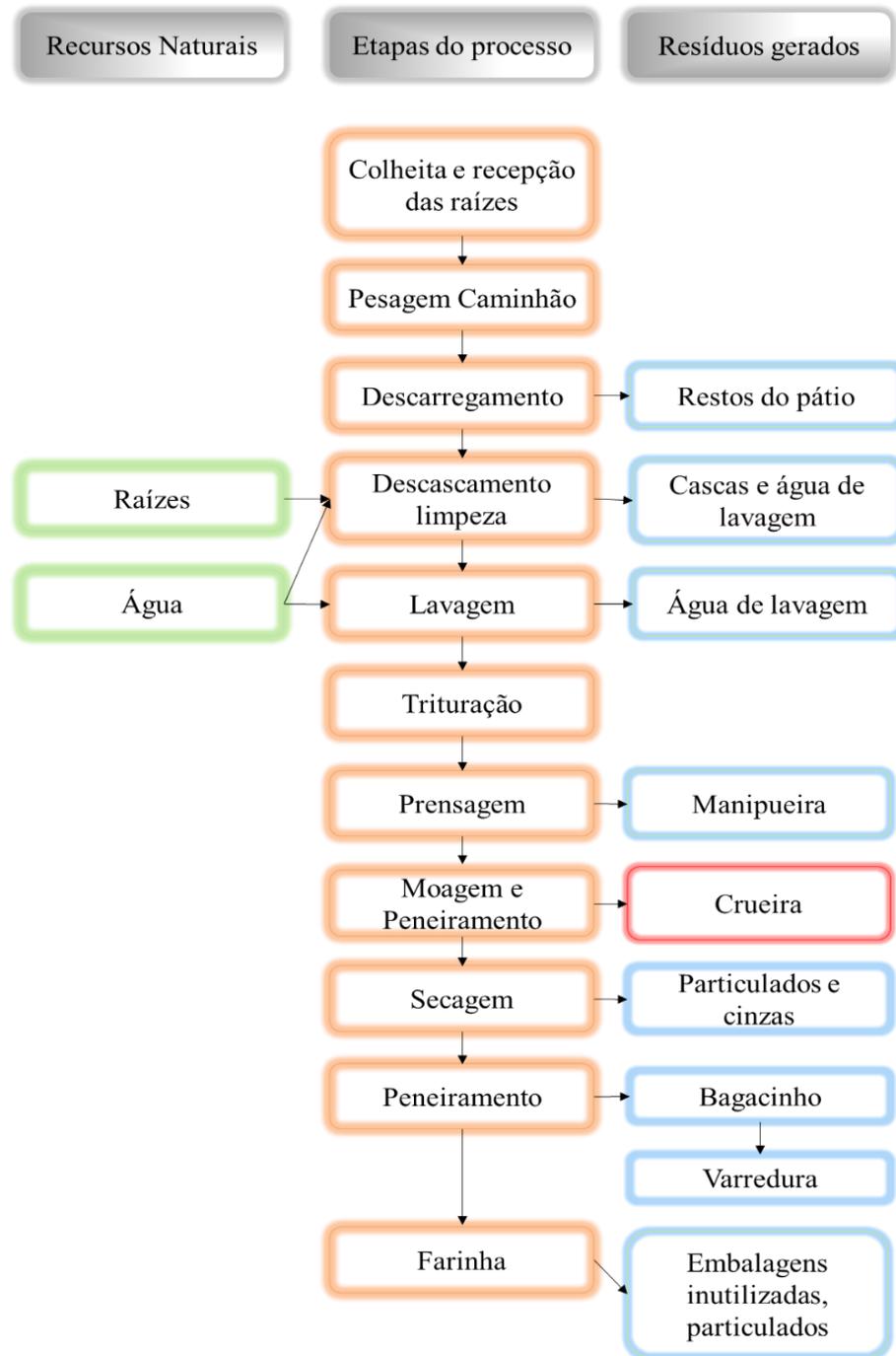
A produção de amido de mandioca vem crescendo exponencialmente, apresentando 7% do amido global produzido. Apesar do milho ser a principal cultura utilizada na produção de amido (em torno de 80% da fabricação mundial de amido), a cultura da mandioca possui vantagens na fabricação da fécula devido a maior capacidade de acumulação de amido em sua raiz, é de fácil cultivo, baixo preço, não necessita de extrações muito complexas e é cultivada durante todo o ano (NATIONS, 2021).

A mandioca também é aplicada na indústria de produção de álcool a partir do isolamento da fécula, já que possui melhor produtividade que a cana-de-açúcar, na fabricação do etanol. Além disso, uma parcela do amido de mandioca é processada como fármacos, papel, têxteis, bebidas, materiais de construção, adoçantes, combustível e embalagens (BASTOS, 2015). Suas folhas e hastes também possuem destinação e são usadas na alimentação animal como silagem e na elaboração de pratos típicos das regiões Norte e Nordeste (HALSEY, 2008).

Alguns subprodutos e resíduos são gerados a partir do processamento da farinha de mandioca e do isolamento da fécula, como a casca marrom, a entrecasca, o descarte, a crueira, fibra, bagaço, varredura e a manipueira (água de prensa) A manipueira possui alta quantidade de HCN sendo um resíduo altamente tóxico para o meio ambiente e seres vivos. Outros resíduos como poeira, fumaça e gases atmosféricos também são emitidos durante o processo. Os dados a respeito da quantidade e a qualidade de resíduos gerados variam pois dependem dos equipamentos utilizados, de parâmetros culturais, tempo pós-colheita, tipo de processamento, dentre outros parâmetros (LEONEL, 2001; CEREDA, 1974).

A Figura 2 apresenta o fluxograma do processo de fabricação de farinha de mandioca, mostrando os recursos naturais utilizados e os resíduos gerados em cada etapa. Esses resíduos gerados podem causar um impacto negativo ao meio ambiente, se descartados sem tratamento prévio, pois apresentam em sua composição elevada carga orgânica e teor de cianeto (ENGEL; LUCHESE; TESSARO, 2021; BASTOS, 2015).

Figura 2 - Fluxograma do processo de produção de farinha de mandioca e seus resíduos gerados.



3.1.1 Cruera

A cruera também denominada de farinha é um resíduo separado antes da etapa de torrefação através do peneiramento no processo de produção da farinha de mandioca e é formada por partes fibrosas, entrecascas e cepas. Esta etapa, onde é produzida a cruera, tem por objetivo padronizar a granulometria da farinha. O tamanho das partículas que se deseja

obter dependerá da malha da peneira, devido a esse fato a crueira possui diâmetro superior em relação a malha da peneira (VIZOLLI; SANTOS; MACHADO, 2010).

Não há dados concretos a respeito da quantidade produzida desse resíduo, porém estudos mostram que é em torno de 10% da mandioca usada para a fabricação da farinha. Araújo *et al* (2014) realizaram a quantificação de resíduos em uma casa de farinha no estado da Paraíba e objetivaram em torno de 15,9 kg por toneladas de raízes processada. Em comparação com o trabalho realizado por Cereda (2001) esse valor foi baixo, pois uma tonelada de raiz gera em torno de 42 kg de crueira. A quantidade desse resíduo produzido depende de diversos fatores como equipamentos utilizados na produção da farinha, malha da peneira, tempo de coleta e controle dos parâmetros do processo (SILVA *et al.*, 2017).

A crueira também pode ser utilizada como ração animal, porém em muitas casas de farinha esse resíduo não possui destinação e é descartado. Silva e colaboradores (2017) avaliaram os impactos sócio ambientais de duas casas de farinha, uma delas gerava 80 kg de crueira a cada tonelada de raiz processada, constatando que grandes quantidades desse resíduo são produzidas diariamente pelas casas de farinha de mandioca, e estes são descartados de forma inadequada no meio ambiente, sem nenhum tratamento prévio, contaminando os corpos hídricos, solo e a atmosfera (ROCHA *et al.*, 2016).

Tabela 1 - Caracterização físico-química da crueira.

Parâmetros	Resultados
Umidade (%)	30,06 ± 0,46
Cinzas (%)	1,52 ± 0,03
Lipídios (%)	0,54 ± 0,03
Fibra bruta (%)	3,43 ± 0,23
Proteínas (%)	2,19 ± 0,16
Amido (%)	82,00 ± 0,58
pH	5,00 ± 0,20

Fonte: Rocha *et al.*, (2016)

A Tabela 1 apresenta os valores médios das caracterizações físico-químicas da crueira, esses valores são importantes para verificar o potencial de aplicação desse resíduo em diferentes processos. Destaca-se o elevado percentual de amido (82 %), o que a caracteriza uma excelente fonte para extração de amido (ROCHA *et al.*, 2016). Os valores nutricionais da crueira podem

variar de acordo com as variedades de cultura de mandioca, condições climáticas, solo, região, modo de produção, entre outros fatores.

3.2 AMIDO: CARACTERÍSTICAS GERAIS

O amido é um material de grande interesse, pois além de ser o segundo biopolímero mais abundante no mundo, ficando atrás apenas da celulose, ele apresenta grande importância na vida da população sendo a principal fonte de carboidratos consumida pelo ser humano (DIYANA *et al.*, 2021). Quanto a sua origem, o amido é sintetizado dentro das organelas celulares chamadas de amiloplastos, conforme seu desenvolvimento formam uma estrutura semicristalina conhecida como grânulo (LLOYD; KOSSMANN, 2019).

O amido é uma substância de reserva energética dos vegetais, podendo ser extraído de cereais (arroz, trigo, milho), de raízes (mandioca) ou tubérculos (batata, cará, inhame). Possui distintas aplicações na indústria alimentícia, farmacêutica, cosmética e têxtil (LI; WEI, 2020). Este polímero natural é formado principalmente de amilose e amilopectina (98-99% peso seco), composto também por proteínas e lipídios, cerca de 0,6 %, cálcio, magnésio, potássio e fósforo, representando em torno de 0,4%, podendo alterar suas propriedades funcionais (BARBOSA *et al.*, 2019; RAMÍREZ, 2011).

Estruturalmente, o amido é um homopolímero composto por pelo menos dois polímeros principais de glicose; a amilose que é essencialmente linear (Figura 3a), com pequenas ramificações, estas não influenciam o desempenho das cadeias de amilose em solução, continuando idênticas às cadeias lineares e a amilopectina um polímero altamente ramificado, como mostrado na Figura 3b (MAJZOBI; FARAHNAKY, 2021; FUENTES *et al.*, 2019).

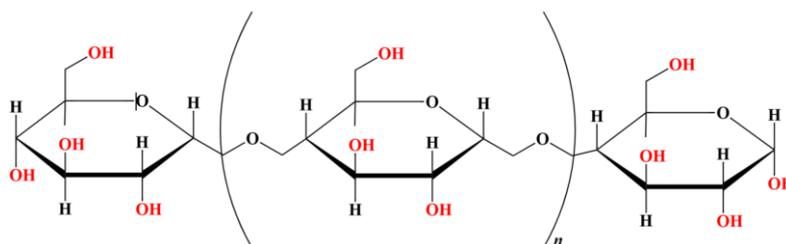
Embora as quantidades de amilose e amilopectina variem de acordo com sua origem botânica, o amido normalmente possui teores de 20 a 30% de amilose e 70 a 80% de amilopectina. As diferentes proporções de amilose e amilopectina no amido, proporcionam também, diferentes propriedades físicas, químicas e funcionais, diversificando sua aplicação (BARBOSA, *et al.*, 2019; SJÖÖ; NILSSON, 2017; QIN, Y. *et al.*, 2016.). A diferença na estrutura do amido implica em diferentes propriedades físicas e químicas desses dois componentes. Por exemplo, a solubilidade da amilopectina em água quente é maior do que a da amilose (FAN; PICCHIONI, 2020).

O amido tem como fórmula geral, $(C_6H_{10}O_5)_n$, onde as unidades de glicose estão unidas pelos carbonos (1-4) e (1-6), por meio do oxigênio originando ligações glicosídicas. A amilose tem massa molar na ordem de 10^4 a 10^5 e possui grau de polimerização de 250 a 1.000 unidades

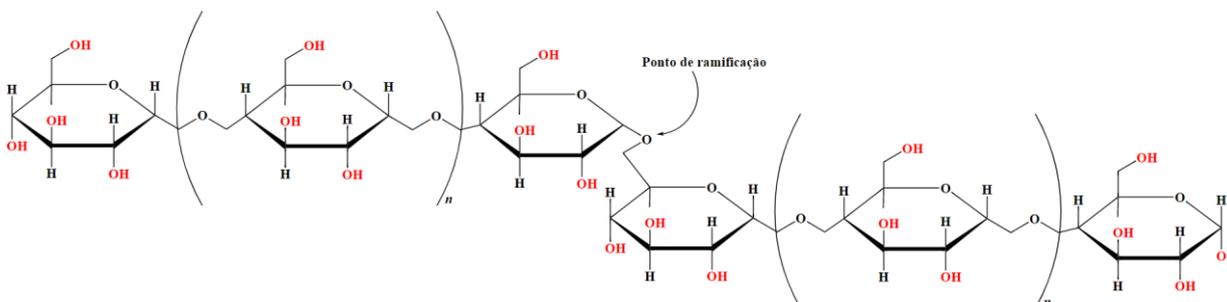
de D-glicose unidas por ligações α (1-4) (QUIROGA, 2015; PÉREZ; BALDWIN; GALLANT, 2009; SOYKEABKAEW; THANOMSILP; SUWANTONG, 2015). Em contraste, a amilopectina, é um polímero que possui entre 25-30 unidades de glicose, vinculado por ligações α (1-4) e α (1-6) tendo sua massa molar entre 10^6 e 10^8 e grau de polimerização de 5.000 a 50.000 unidades de glicose (SOYKEABKAEW; THANOMSILP; SUWANTONG, 2015).

Figura 3 - Fórmula estrutural da (a) amilose e (b) amilopectina.

(a)



(b)

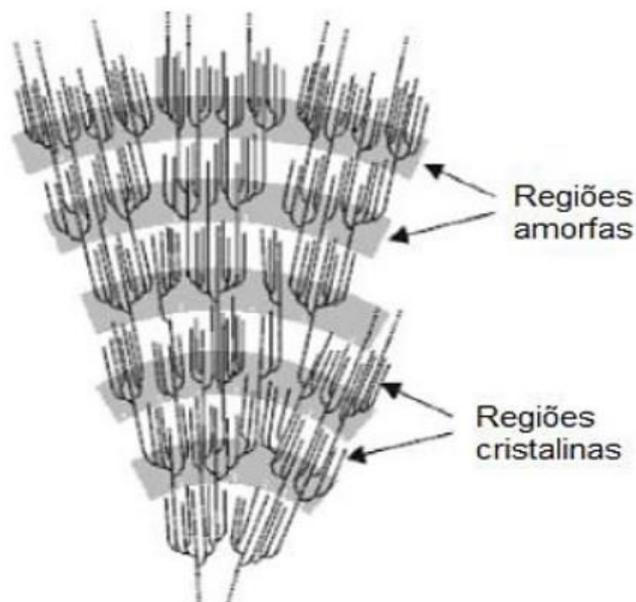


A aplicabilidade do amido está intimamente ligada a amilose e amilopectina, assim como a organização física da estrutura do grânulo. Devido a este fato, os grânulos de amido possuem regiões amorfas e cristalinas (Figura 4), as regiões cristalinas são intermitentes com camadas amorfas. A amilopectina é responsável pela cristalinidade, por ação de ligações de hidrogênio formadas pelas moléculas de amilose e amilopectina, além deste fato a amilopectina possui estrutura em forma de dupla hélice (GONÇALVES, 2010). As regiões amorfas são formadas de amilose e parte dela pode desenvolver um complexo helicoidal com lipídios (SOYKEABKAEW; THANOMSILP; SUWANTONG, 2015).

Os grânulos de amido são praticamente insolúveis em água fria, este fato deve-se às fortes ligações de hidrogênio que sustentam as cadeias ligadas diminuindo a área livre para as ligações entre a água e os grânulos de amido. Propriedades como formato, tamanho, morfologia e teores de amilose e amilopectina dependem tanto de sua fonte botânica como das condições

agronômicas do lugar onde foi cultivado. Por exemplo, mudanças no clima podem afetar no desenvolvimento do grânulo e na deposição do amido (CHAI; WANG; ZHANG, 2013; QUIROGA, 2015).

Figura 4 - Esquemática da estrutura do grânulo de amido.

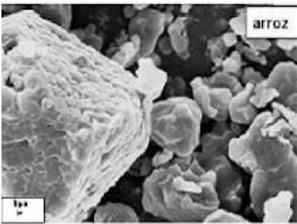
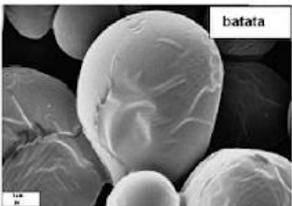
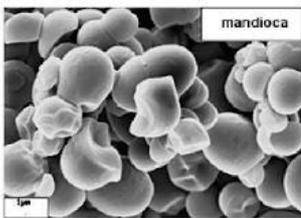
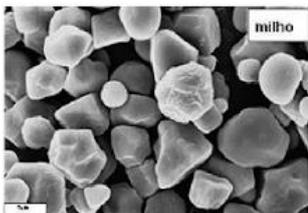


Fonte: Adaptado de O'Neill; Field (2015)

Para obter uma alta resolução da estrutura dos grânulos de amido são utilizados os microscópios e a escolha da técnica que será empregada dependerá de qual informação quer se obter. Para analisar a superfície do grânulo de amido pode-se utilizar a microscopia eletrônica de varredura (MEV). O MEV é um equipamento bastante utilizado na avaliação de microestruturas de materiais sólidos. O mecanismo para o alcance da imagem é complexo, porém a interpretação é extremamente fácil. A sua grande vantagem está na alta profundidade do foco e na viabilidade de associar a análise estrutural com a microanálise química. Estas, são razões que colaboram para o extenso uso desta técnica. A Tabela 2 mostra as diferenças na morfologia do amido obtida a partir do MEV (MUCCILLO, 2009).

A técnica do MEV aplicada no amido permite diferenciar tamanho e formato dos grânulos. De modo geral, os grânulos de amido possuem tamanho de partícula em torno de 2 a 100 μm , apresentando formas regulares e irregulares dependendo do tipo de planta analisada. A forma e o diâmetro dos grânulos são aspectos individuais de cada espécie e são utilizados também para identificar a procedência do amido (MUCCILLO, 2009).

Tabela 2 - Morfologia granular observada pelo MEV de diferentes fontes botânicas de amido.

Fonte botânica	Formato do grânulo	Diâmetro (μm)
Arroz		3-8
Batata		15-100
Mandioca		5-30
Milho		5-26

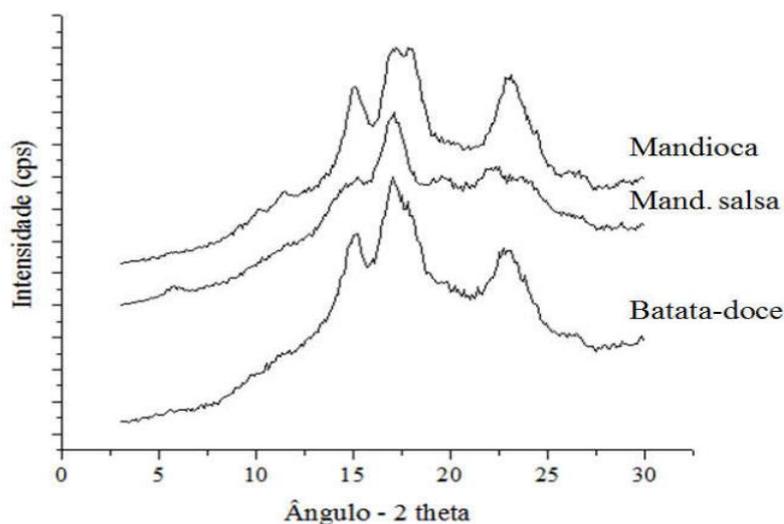
Fonte: Adaptado de Teixeira (2007)

A estabilização granular do amido deve-se às regiões cristalinas, podendo controlar o comportamento do amido em água, proporcionando resistência à atividade enzimática ou modificações químicas (BILIADERIS, 1991; PARKER; RING, 2001). Seu grau de cristalinidade varia em torno de 15-45%, de acordo com a fonte vegetal e pode ser obtido através da técnica de difração de raios X, que permite a classificação do amido em formas A, B e C, alterando com o comprimento das cadeias ramificadas (CEREDA, 2001). Existe também um padrão de raios X tipo V que é quando a amilose une-se a ácidos graxos no grânulo de amido (SANTOS, 2016).

O padrão A de cristalinidade está presente geralmente em amidos extraídos dos cereais, são mais densos e possuem principais picos para os ângulos de difração de 2θ iguais a 15, 17, 18 e 23° . O tipo B é o padrão de cristalinidade, geralmente, encontrados em amidos tuberosos possuindo picos para os ângulos de difração de 2θ igual a 5,6; 15; 17; 22 e 23° (HOOVER,

2001; MARCON, *et al.*, 2009; SANTOS, 2016). A Figura 5 mostra os padrões de difração da mandioca, mandioquinha-salsa e batata-doce.

Figura 5 - Padrões de cristalinidade da mandioca (tipo A), mandioquinha-salsa (tipo B) e batata (tipo Ca).



Fonte: Santos (2016)

O padrão tipo C é uma associação das propriedades dos padrões A e B, e é classificado em Ca, Cb e Cc, segundo sua similaridade com os padrões A e B. É mais comumente encontrado nos amidos de mandioca, sobressaindo as características do padrão do tipo A (DENARDIN; SILVA, 2009). A molécula de amilose não coopera com o grau de cristalinidade, no entanto este biopolímero, após o processo de gelatinização, pode induzir a formação de hélices simples que originam o tipo V de cristalinidade. Em contraste aos tipos A, B e C, os padrões do tipo V podem ser encontrados na forma anidra (V_a) ou hidratada (V_h) (SANTOS, 2016). O amido gelatinizado é comumente chamado de amido termoplástico (TPS) ou amido desestruturado (BERTOLINI, 2010).

Como exposto, o conhecimento das propriedades físicas, químicas e funcionais dos amidos como a estrutura, relação amido-água, temperaturas de gelatinização, propriedade de pasta, poder de inchamento, viscosidade e solubilidade são de fundamental importância, principalmente, para determinar onde o amido será aplicado.

3.2.1 Poder de inchamento e solubilidade

O grânulo de amido é praticamente insolúvel em água fria, entretanto sofre um certo grau de hidratação reversível em sua região amorfa (CARR, 2007). As hidroxilas presentes na

molécula de amido conferem-lhe um caráter altamente hidrofílico, porém as fortes ligações de hidrogênio que sustentam as cadeias de amilose e amilopectina ligadas, reduzem a superfície disponível para as ligações entre a água e os grânulos de amido. O poder de inchamento é um parâmetro que mede a disposição de hidratação dos grânulos de amido e pode ser calculado por massa final do amido intumescido dividido pela massa inicial de amido (FRANCO *et al.*, 2002). O inchamento do grânulo acontece quando as moléculas de amilopectina, com o aumento da temperatura, retêm água e se alteram sem romper a estrutura do grânulo (SOYKEABKAEW; THANOMSILP; SUWANTONG, 2015). Com a temperatura de gelatinização acima, uma parcela solúvel do amido é difundida por dentro do grânulo de amido fazendo com que a estrutura cristalina seja rompida. A interação das moléculas de água com os grupos hidroxilas ocasiona o inchamento do grânulo, este por sua vez poderá aumentar a ponto de romper e perder a birrefringência, ou seja, seu alto grau de organização (HOOVER, 2001).

É notório que a temperatura é um parâmetro essencial para a determinação da solubilidade e do poder de inchamento dos grânulos de amido, já que a água quando aquecida a uma determinada temperatura, causa uma vibração intensa nas moléculas de amido fazendo que as ligações intermoleculares quebrem e formam ligações de hidrogênio com a água (MARCON *et al.*, 2007).

3.2.2 Gelatinização

A gelatinização acontece quando as moléculas de água possuem energia cinética suficiente para romper as ligações mais fracas de pontes de hidrogênio entre as moléculas de amilose e amilopectina, possibilitando a hidratação e conseqüentemente o inchaço do grânulo. Ocorrendo a dissolução da amilose para a fase aquosa tornando-se uma transição irreversível, pela perda de cristalinidade (SOYKEABKAEW; THANOMSILP; SUWANTONG, 2015; JIMÉNEZ *et al.*, 2012; PENG *et al.*, 2007).

Fisicamente, o inchamento e a solubilidade podem ser observados pelo aumento da viscosidade, devido maior assimilação da água. A viscosidade começa elevar em uma determinada temperatura e esta é chamada de “temperatura de pasta”, parâmetro que pode ser adquirido pelas análises de viscosidade. A temperatura de pasta não deve ser confundida com a temperatura de gelatinização, que é a faixa de temperatura onde o processo de expansão torna-se irreversível (MARCON *et al.*, 2007).

O intervalo de temperatura específico que ocorre a gelatinização depende, dentre outros fatores, de cada fonte de amido. A água é o principal parâmetro que influencia a temperatura

de gelatinização, pois ela funciona como agente plastificante nos cristais de amido (PENG *et al.*, 2007). A Tabela 3 mostra a faixa de temperatura de gelatinização para o amido proveniente da batata, mandioca, milho e trigo.

Tabela 3 - Faixa de temperatura de gelatinização para o amido de diferentes espécies botânicas.

Amido	Intervalo de temperatura de gelatinização (°C)
Batata	58 - 65
Mandioca	52 - 65
Milho	62 - 80
Trigo	52 - 85

Fonte: Damodaran; Parkin; Fennema (2008).

As propriedades de inchamento e gelatinização são influenciadas pela estrutura molecular da amilopectina, composição do amido e estrutura granular. Este fenômeno está ligado à cristalinidade, pois quanto maior a cristalinidade maior é a temperatura de transição e consequentemente os grânulos são mais resistentes à gelatinização. Em contraste, a amilose que é composta em maior parte de regiões amorfas, diminui o ponto de fusão das regiões cristalinas e a energia necessária para o início da gelatinização, ou seja, apresenta menor temperatura de gelatinização (SINGH *et al.*, 2003).

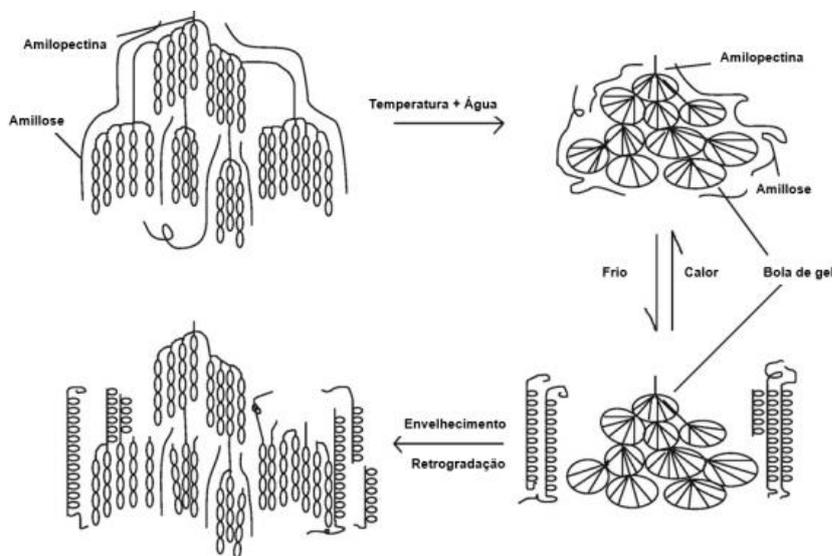
A gelatinização pode ser caracterizada usando a técnica térmica de calorimetria diferencial de varredura (DSC), medindo a quebra das ligações no interior do grânulo de amido quantificando a temperatura e a entalpia na mudança da estrutura semicristalina para gel. O DSC independe da birrefringência, quando se trata de detectar as fases de transição, observando o desaparecimento da cristalinidade comprovada pela difração de raios X (CEREDA, 2001; YU; CHRISTIE, 2001).

3.2.3 Retrogradação

A retrogradação ou recristalização ocorre, após a gelatinização, com a diminuição da temperatura as moléculas de amido podem se aproximar através das ligações de hidrogênio formando novas zonas cristalinas. A amilose é a principal responsável por esse processo, em razão de sua estrutura linear, porém a retrogradação também acontece na amilopectina, apesar de possuir uma fração ramificada, de modo mais lento e na periferia de sua estrutura. Devido a

este fato, a retrogradação é um fenômeno que está relacionado com o tamanho da cadeia (ZIEBA; SZUMNY; KAPELKO, 2011). Na Figura 6 pode-se verificar o processo de gelatinização e retrogradação do amido.

Figura 6 - Fases do amido durante a gelatinização e retrogradação.



Fonte: Khan *et al.* (2016). Ramírez (2011)

A retrogradação é um processo difícil e muda de acordo com diferentes parâmetros, como fonte botânica, concentração de amilose, tamanho das moléculas, presença de componentes (lipídios, eletrólitos e açúcares), condições de seu processo, temperatura e tempo de armazenamento (COZZOLINO; ROUMELIOTIS; EGLINTON, 2013). Um fator importante que afeta a taxa de retrogradação do amido é o fenômeno da transição vítrea (T_g), que é o deslocamento das moléculas nas fases amorfas de materiais semicristalino (MALI; GROSSMANN; YAMASHITA, 2010).

A temperatura de transição vítrea é diretamente dependente da mobilidade das cadeias poliméricas e esta é ligada à temperatura. Ou seja, quando a temperatura diminui os movimentos moleculares também diminuem. Abaixo da T_g o amido está em estado vítreo, ou seja, a energia interna não é suficiente para que as cadeias adquiram a mobilidade. Já com a temperatura de T_g acima, há mudança no estado físico do amido, passando de um sólido quebradiço, para outro mais móvel (MADRIGAL; SANDOVAL; MÜLLER, 2011).

Como exposto há uma ligação direta entre as propriedades do amido e sua origem botânica. Entre as fontes de amido que são exploradas no Brasil, a mandioca é a que possui maior rendimento e menos etapas de isolamento (STOFFEL, 2015). Porém, há a necessidade

de explorar outras fontes para obtenção de amido com melhores propriedades físico-químicas e funcionais (DEREJE, 2021; MAKROO *et al.*, 2021).

3.3 NOVAS FONTES DE AMIDO E POTENCIAL DE APLICAÇÃO

Amidos comerciais são normalmente extraídos de culturas como milho, batata, mandioca, além de outras fontes de grãos e tubérculos em todo o mundo e esses amidos são denominados de naturais ou nativos. Apesar da consolidação e da ampla utilização industrial dos amidos convencionais, principalmente em alimentos, novas aplicações estão surgindo além da indústria alimentícia, mas também nas indústrias farmacêutica, biomédica e de embalagens (MANIGLIA; TAPIA-BLÁCIDO, 2016). Estudos estão sendo realizados em amidos nativos que não requerem modificação para suprir as necessidades de propriedades almejadas pelo mercado, já que o amido de fontes convencionais possui propriedades que limitam seu uso na indústria, além de explorar fontes da alimentação humana. Portanto, a descoberta de novos materiais proporciona uma alternativa potencial para obter características diferentes que possam ser agregadas a um produto (MAKROO *et al.*, 2021)

As fontes não convencionais de amido são caracterizadas pela pouca usabilidade, principalmente para usos tecnológicos (ZHU, 2020). Fontes não convencionais de amido englobam frutas, rizomas, cereais, leguminosas, entre outras. Os amidos de culturas não convencionais estão sendo atrativos e apresentando potencial para serem utilizados em diferentes aplicações (MAKROO *et al.*, 2021). É perceptível que estudos estão sendo desenvolvidos para a descoberta e aplicação desses produtos amiláceos.

No mundo há uma grande diversidade de vegetais ricos em amido que ainda não foram completamente estudados e que possuem características essenciais para suprir necessidades particulares de processos industriais. Portanto, explorar o método de obtenção, propriedades físico-químicas, estruturais, morfológicas e térmicas são fundamentais para avaliar a possível aplicação de cada amido (MANIGLIA; TAPIA-BLÁCIDO, 2016; PIRES *et al.*, 2021). Além disso é importante evidenciar que amidos de mesma fonte botânica possuem propriedades diferentes pois variam de acordo com a região, clima e solo em que a fonte foi cultivada.

A produção verde de alimentos ganhou destaque nos últimos tempos, pois com o esgotamento progressivo de recursos naturais torna-se necessário a utilização de toda matéria-prima com o mínimo de desperdícios possíveis. Fontes potenciais como resíduos que são descartados sem nenhuma utilização ocasionando contaminação ambiental, possuem características únicas como compostos bioativos, ácidos fenólicos, enzimas, além de serem

ricos em amido. Devido à pressão pública a atenção foi voltada para a reutilização de materiais renováveis, a fim de recuperar compostos presentes nesses resíduos para possíveis aplicações industriais (ZAYED; FARAG, 2020).

As diferentes propriedades encontradas no amido de *Solanum lycocarpum* foram pesquisadas por Pascoal *et al* (2013) estes autores obtiveram 51% de rendimento e um amido puro. Os grânulos de amido apresentaram arquitetura hemisféricas compostas por duas ou três subunidades, os resultados obtidos indicaram para aplicações biotecnológicas.

Em um estudo realizado com o amido extraído do mesocarpo de babaçu os autores avaliaram dois métodos de isolamento e concluíram que o método alcalino proporcionou maior rendimento de extração e material mais puro em comparação com o isolamento realizado com água. O tipo de método influenciou diretamente nas propriedades do amido e concluíram que ele pode ser aplicado como ingrediente alimentar e na produção de filmes biodegradáveis (MANIGLIA; TAPIA-BLÁCIDO, 2016).

Um amido de cultura não convencional que apresentou importantes propriedades para a sua utilização em formulações de alimentos e outros campos industriais, foi o amido de feijão-verde que apresentou alto rendimento, um material mais puro e propriedades térmicas e estruturais diferentes de fontes convencionais (LI *et al.*, 2021).

A extração de amidos de arroz pigmentado foi realizada por Da Silva *et al* (2020), os quais obtiveram grânulos de formatos poligonais e angulares, a composição dos amidos mostraram diferenças estatísticas para algumas propriedades e podem ser aplicados como ingredientes alimentares funcionais viáveis, no desenvolvimento de produtos alimentícios ou em filmes e revestimentos comestíveis.

Oliveira *et al* (2021) isolaram o amido de inhame, os resultados indicaram um amido de alta pureza e baixas concentrações de outras substâncias não amiláceas. Apresentando potencial de aplicação em alimentos crocantes, molhos para saladas e sobremesas prontas, além de alimentos que necessitam de altas temperaturas de processamento, como alimentos enlatados.

Outra fonte potencial é a Lotus, uma planta aquática muito cultivada, principalmente na China e na Índia. O amido de lotus é obtido principalmente do rizoma de lótus e das sementes de lótus e são o potencial e principal fornecedor de amido (SHOWKAT *et al.*, 2021). Estudos estão sendo relatados sobre a caracterização do amido de lótus, sendo os grânulos de amido de rizoma de lótus e sementes de tamanhos variados. Em relação ao teor de amilose, varia de 20 a 35% possuindo padrão de cristalinidade tipo C e tipo A (ZHU, 2020).

3.4 EXTRAÇÃO DE AMIDO

A extração do amido tem como objetivo obter um produto com uma pureza elevada e com um bom rendimento. Os parâmetros controlados no processo de extração dependem da espécie de amido e de sua origem vegetal. O processo de extração deve conservar ao máximo a sua estrutura, evitar a modificação do amido e possíveis danos mecânicos, assim como obter um amido com menores quantidades de proteínas, lipídios, cinzas e fibras (BRITO, 2019).

Existem diferentes métodos presentes na literatura para a extração de amido puro de origem vegetal, geralmente o material sofre processos de moagem em uma solução ácida, alcalina e/ou aquosa, separação de fibras, suspensão, centrifugação, purificação, desidratação e secagem a temperaturas inferiores a 50°C, sendo mais comum a utilização de água. Esses processos já possibilitam ter bom rendimento de amido (AGAMA-ACEVEDO *et al.*, 2012; CONTO, 2009). Os processos de moagem são feitos por via seca e por via úmida, porém já foi comprovado que o processo por via úmida possui melhor eficiência quando se quer obter um amido com maior pureza (MUFARI; MIRANDA-VILLA; CALANDRI, 2018). Quanto ao processo de centrifugação, este é um parâmetro importante, pois é utilizado em escala industrial para a separação do amido de outros compostos, como proteínas e lipídios (CORREIA; BEIRÃO-DA-COSTA, 2012).

No processo de isolamento do amido a estrutura e suas propriedades podem sofrer modificações, sendo estas positivas ou não. Há fontes de amido que necessitam de mais etapas de extração, por isso a existência de vários métodos e a relevância de estudar o melhor processo para cada material, pois o método de extração afeta tanto a composição química quanto às propriedades físicas do material final, como o rendimento e o grau de pureza. Identificando a melhor técnica, é possível dar uma destinação apropriada a este amido. A qualidade da extração do amido é avaliada em função de seu conteúdo de proteínas, lipídios, fibras e cinzas. Quanto menor o valor destes componentes, maior a qualidade do processo extrativo (LI *et al.*, 2021; CORREIA; BEIRÃO-DA-COSTA, 2012; AGAMA-ACEVEDO *et al.*, 2012; CONTO, 2009).

O método de extração utilizando tratamento químico pode ser tanto ácido quanto alcalino, este processo é considerado um método de purificação, não necessita de altas temperaturas na presença de reagentes químicos e é realizado, na maioria das vezes, para tornar o isolamento do amido mais fácil de outros componentes que podem influenciar na composição química e as propriedades físicas do amido (CORREIA; BEIRÃO-DA-COSTA, 2012; JI; SEETHARAMAN; WHITE, 2004). É notório, que a diferença dos métodos de extração está no grau de pureza e o tempo que é processado, quando a extração ocorre por via alcalina o grau de

pureza é menor, porém o rendimento é maior e ao utilizar um ácido conseqüentemente o grau de pureza aumenta (LIPORACCI; MALI; GROSSMANN, 2005).

O isolamento do amido por meio ácido é muito utilizado pelas indústrias alimentícias, este método promove melhorias nas propriedades de gelatinização, estabilidade e retrogradação. No tratamento com o ácido ocorre a hidrólise do amido através do ataque dos íons hidrônio (H_3O^+) aos átomos de oxigênio, quebrando as ligações glicosídicas. O ácido age primeiramente na região amorfa, degradando a amilose, por ser mais susceptível a degradação, posteriormente atacando a região cristalina. Essa ação proporcionada pelo ácido pode ser observada pela baixa viscosidade quando aquecido, porém, a forma dos grânulos não é afetada (JAYAKODY; HOOVER, 2002).

A extração alcalina geralmente é realizada utilizando NaOH, quando se quer obter maior rendimento de amido. Assim, como na extração ácida, a primeira região afetada é a amorfa, porém a parte cristalina não é afetada neste método. O uso de um pH alcalino não é capaz de remover compostos fenólicos, ou seja, consegue-se manter a atividade antioxidante do material, essa característica é importante para a produção de filmes bioativos, além de produzir amidos de baixo teor de proteínas e gorduras (MANIGLIA *et al.*, 2017). Já a extração aquosa não é capaz de fazer grandes alterações na fonte vegetal utilizada, mantendo o teor alto de proteínas e gorduras (JOHN *et al.*, 2002).

O amido de mandioca, também chamado de fécula ou polvilho doce, é caracterizado como um pó branco, não possui cheiro ou sabor. É um dos produtos mais importantes derivados da mandioca, devido a sua fácil comercialização e aplicação como insumo industrial, além da possibilidade de exportação (COÊLHO, 2018). Pode ser facilmente extraído de raízes frescas, por possuir baixa quantidade de proteínas e gorduras, ou de subprodutos não consumíveis como caules e cascas, utilizando a moagem úmida como método. Quando a extração é realizada de forma eficiente, possui baixo teor de proteínas e gorduras adquirindo grande destaque para sua utilização na produção de alimentos (TUMWESIGYE; OLIVEIRA; SOUSA - GALLAGHER, 2016). Quando colocado em água quente, o amido de mandioca produz uma pasta altamente viscosa e clara.

A produção em escala industrial do amido da raiz de mandioca, sucintamente, segue as etapas de lavagem, corte e moagem das raízes em água contendo enxofre, para separar o amido da polpa no extrator. Posterior a separação da polpa do amido, ele é desidratado antes da secagem. O isolamento do amido em escala de laboratório, parte do mesmo princípio ao industrial. Se o amido não passar pelo processo de secagem após a separação, ele pode ser armazenado em uma solução de metabissulfito de sódio que impede o crescimento de

microrganismos. Estudos relataram que este armazenamento úmido, não altera as propriedades do amido de forma significativa (BREUNINGER; PIYACHOMKWAN; SRIROTH, 2009; JYOTHI *et al.*, 2007).

De acordo com a legislação brasileira, o amido de mandioca deve possuir teor de umidade abaixo de 18% (ANVISA, 2005) e teor de cinzas menor que 0,5% (ANVISA, 1978). Os amidos de mandioca, podem ser classificados quanto ao teor de amilose e amilopectina. São chamados de normais quando o teor de amilose está entre 20 e 30 %, resistentes possuem acima de 50 % e cerosos com teores de amilopectina acima de 95 % (SANTOS, 2018). Em relação ao grânulo, possui forma arredondada e tamanho em torno de 7,3 e 23,7 μm (ROCHA; CARNEIRO; FRANCO, 2010). O Quadro 1 apresenta estudos referentes à extração de amido de raiz de mandioca e outras fontes.

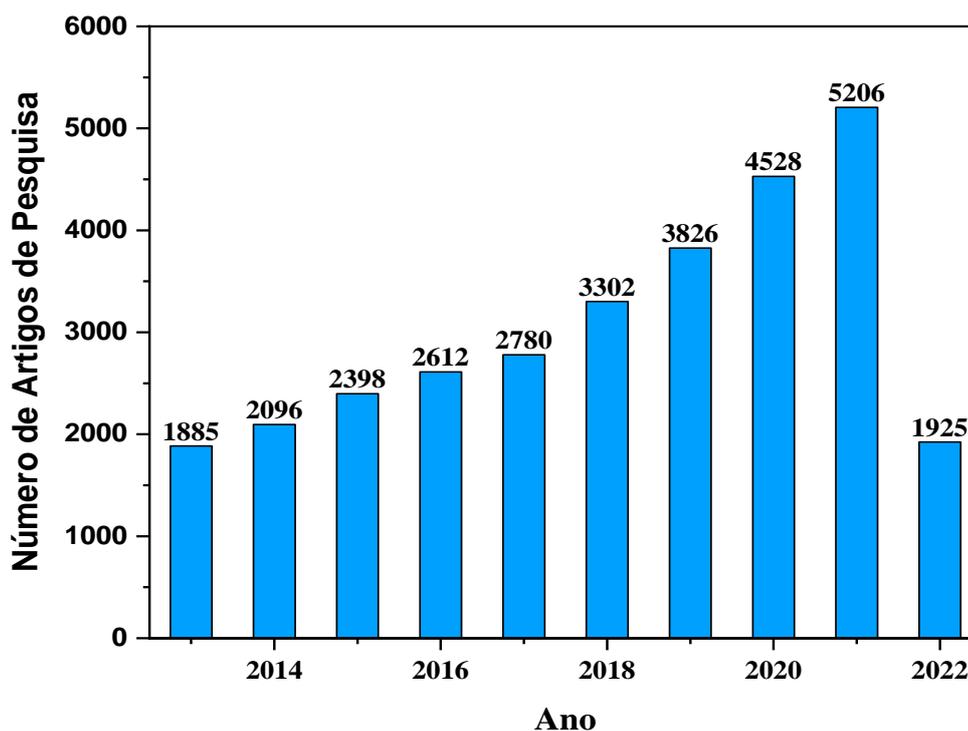
Quadro 1 - Estudos relevantes e atuais da extração de amido de Mandioca e outras fontes botânicas

Fonte	Título	Método	Teor de Amilose (%)	Rendimento de amido (%)	Referência
Mandioca	Rendimento de extração e caracterização química e funcional de féculas de mandioca da região do semiárido baiano	Extração aquosa (sem proporção de H ₂ O/massa)	C – 25,95 M – 32,09 E – 28,21	C – 33,25 M – 32,09 E – 28,21	NUNES; SANTOS; CRUZ, 2009
Frutos de lobeira	<i>Extraction and chemical characterization of starch from S. lycocarpum fruits</i>	Extração ácida (ácido cítrico 0,8%)	34,66	51	PASCOAL <i>et al.</i> , 2013
Jacatupé	<i>Starch extraction process coupled to protein recovery from leguminous tuberous roots (Pachyrhizus ahipa)</i>	Extração com tampão PO ₄ ⁻³ /NaCl e (1:2 massas/H ₂ O)	NM	16,39	DÍAZ <i>et al.</i> , 2016
Mandioca	<i>Cassava: Extraction of starch and utilization of flour in bakery products</i>	Extração aquosa (sem proporção de H ₂ O/massa)	NM	25	KAUR; AHLUWALIA SINGH, 2016
Mandioca	<i>Physicochemical characteristics and in vitro digestibility of potato and cassava starches under organic acid and heat-moisture treatments</i>	Extração (4,5% de NaHSO ₃)	17,0	NM	VAN HUNG <i>et al.</i> , 2017

Mandioca	<i>Technological properties of sour cassava starches: Effect of fermentation and drying processes</i>	Extração aquosa (1:2 massas/H ₂ O)	15-25	NM	DÍAZ <i>et al.</i> , 2018
Mandioca (<i>Manihot utilissima</i>)	<i>Evaluation of the Production of Starch from Bitter Cassava (Manihot utilissima) using Different Methodologies</i>	Extração aquosa (1:1 massas/H ₂ O)	69	15,76	LOPEZ-DIAGO <i>et al.</i> , 2018
Lírio	<i>Extraction, characterization and technological properties of white garland-lily starch</i>	Extração com metabissulfito (5 g.L ⁻¹) - 1:2 (m/v)	59,16	22,0	BENTO <i>et al.</i> , 2019
Arroz pigmentado	<i>Extraction and characterization of starches from pigmented rice</i>	Extração aquosa 1:2 (massa/H ₂ O)	18,61 - 25,75	35,74 - 47,0	SILVA <i>et al.</i> , 2020
Mandioca	Amido e bagaço de mandioca (<i>Manihot esculenta C.</i>): obtenção e caracterização de diferentes variedades	Extração aquosa (sem proporção de H ₂ O/massa)	30,13	NM	RONKO; TRAVALINI; DEMIATE, 2020
Mandioca	<i>Morphology and physicochemical properties of starch isolated from frozen cassava root</i>	Extração aquosa (sem proporção de H ₂ O/massa)	22,05	NM	KAYODE <i>et al.</i> , 2021

Portanto, pode-se afirmar que há um crescimento anual na busca para isolar amido por diferentes fontes. Após uma ligeira busca no banco de dados *ScienceDirect* utilizando o termo “*starch extraction*” e selecionando a opção de artigos de pesquisa, gerou-se o gráfico exposto na Figura 7.

Figura 7 – Relação de artigos de pesquisa nos últimos 10 anos com o termo “*starch extraction*”.



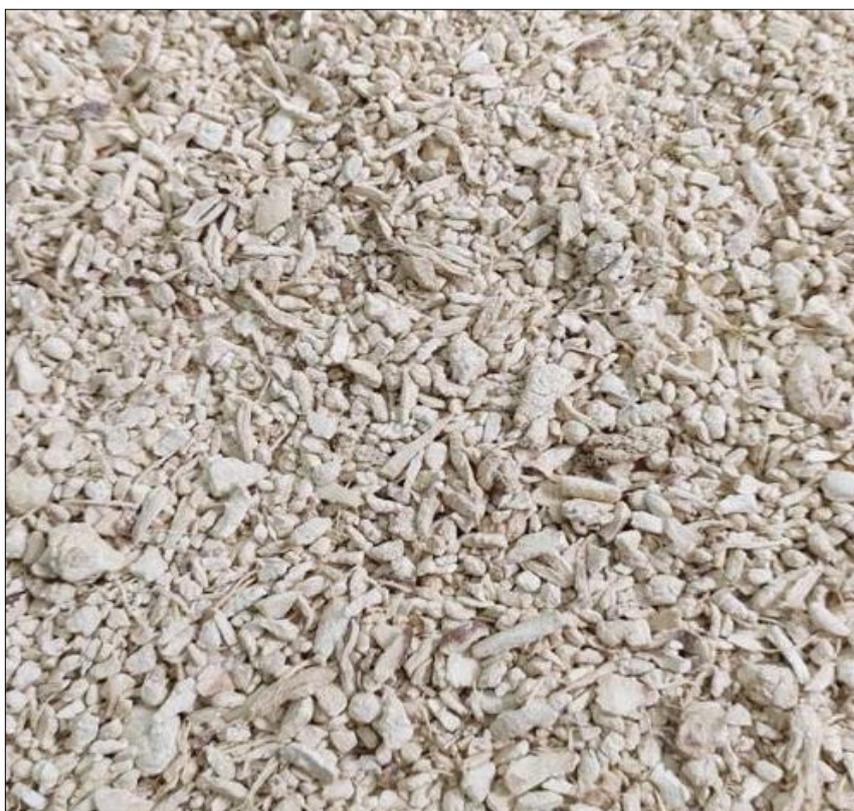
A avaliação permitiu observar que existe uma variedade de trabalhos que isolaram amido por diversas fontes botânicas, o que comprova a relevância do estudo e reforça o desenvolvimento de mais pesquisas no tema em ascensão.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 MATÉRIA-PRIMA UTILIZADA

A crueira de mandioca (*Manihot esculenta crantz*), foi obtida em uma casa de farinha, localizada no Distrito de Pedras em Barreirinha, no Amazonas (Latitude: 2°48'32'' S, Longitude: 57°14'53'' W). Foram coletados 3 kg entre os meses de abril e junho. A pesquisa foi desenvolvida no Laboratório de Síntese e Caracterização de Nanomateriais (LSCN) do Instituto Federal do Amazonas – Campus Manaus Distrito Industrial (IFAM/CMDI).

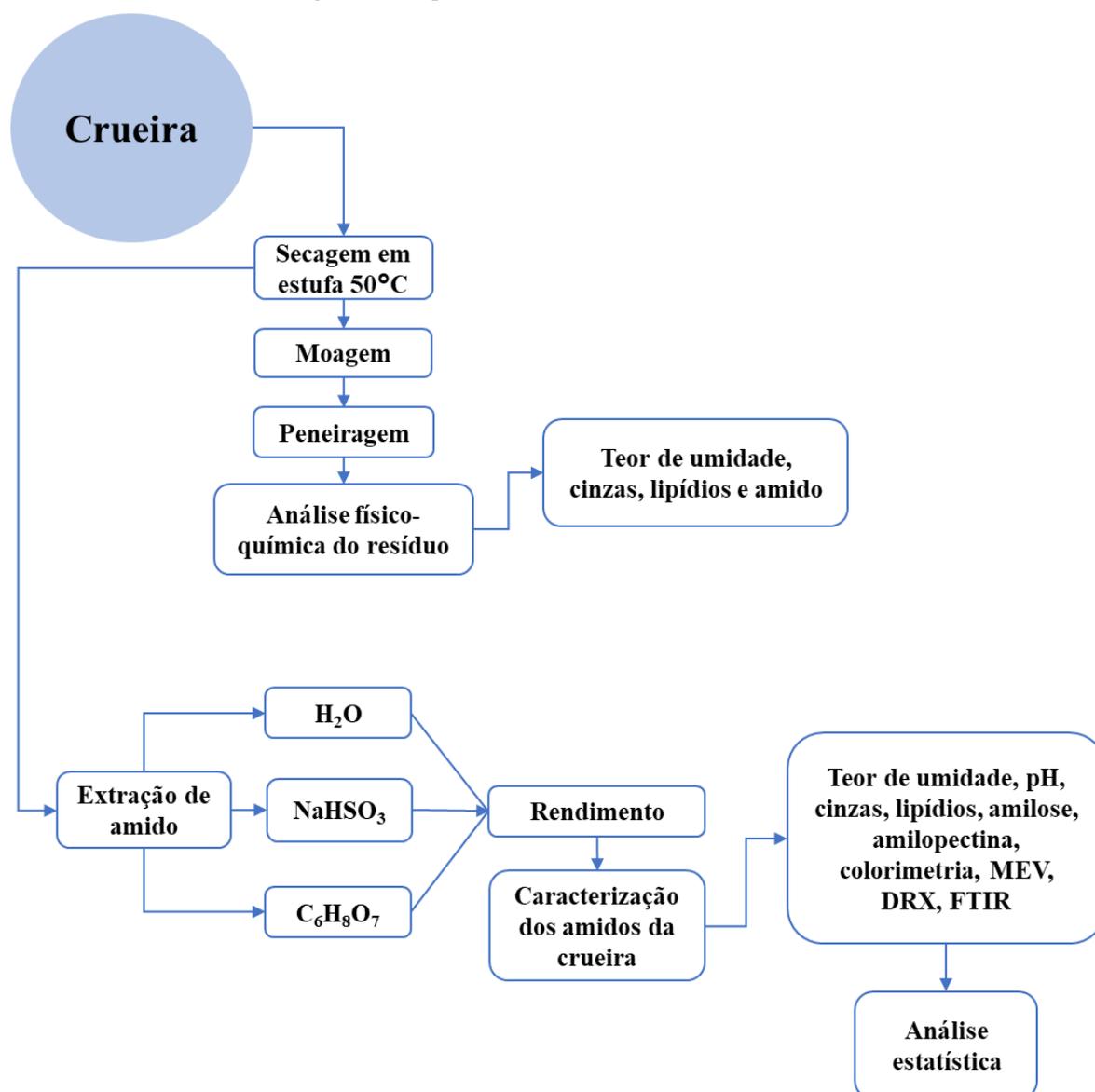
Figura 8 – Crueira de mandioca.



4.2 ETAPAS DO PROCESSO

O esquema apresentado na Figura 9 são as etapas dos procedimentos realizados neste estudo.

Figura 9 – Esquema de desenvolvimento do trabalho.



4.3 PREPARO DO MATERIAL

Três procedimentos foram adotados para extrair amido. A crueira foi colocada em uma estufa da marca CIENLAB, modelo CE 220/81 a 50 °C, por 12 h. Posteriormente, o material foi moído, em moinho de facas da marca ACB Labor e uniformizado em granulometria por separação em uma peneira de 100 *mesh* (0,149 mm de abertura), o material então foi acondicionado em recipiente plástico, a temperatura ambiente, até sua utilização. Em seguida, para os testes de obtenção de amido pelos métodos aquoso, alcalino e ácido, foi utilizada a crueira apenas secada em estufa.

4.4 CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DA CRUEIRA

4.4.1 Teor de umidade

A porcentagem de umidade da crueira foi determinada com o auxílio de um analisador de umidade, marca SHIMADZU e modelo MOC63u, do LSCN no IFAM. O resultado foi obtido a partir do cálculo da média aritmética das amostras.

4.4.2 Determinação do pH

Para determinar o pH, uma solução foi feita com a crueira. O conteúdo foi agitado e o pH da solução foi determinado através de um pHmetro digital devidamente calibrado (IAL, 2008).

4.4.3 Determinação do teor de cinzas

O teor de cinzas foi determinado por gravimetria através da incineração em forno tipo mufla. A temperatura utilizada foi de 550 °C por 2 h para a obtenção de cinzas brancas ou levemente acinzentadas (AOAC, 2005).

O teor de cinzas foi calculado pela seguinte equação:

$$\% \text{ Teor de cinzas} = 100 \times \frac{MC}{PA} \quad (1)$$

sendo:

MC = massa de cinzas (g);

PA = massa da crueira (g).

4.4.4 Determinação do teor de lipídios

O teor de lipídios foi determinado através da utilização de um extrator, para isso foram pesadas 5 g de amido em papel filtro, este foi transferido para o extrator tipo *Soxhlet* e adicionado 250 mL de éter de petróleo sobre o papel contendo a amostra. O processo foi mantido sob aquecimento e em refluxo contínuo por 8 h. O resíduo extraído foi transferido para

estufa a 105 °C por 1 h. Posteriormente, resfriado em dessecador até a temperatura ambiente. A remoção do solvente e pesagem da amostra foi repetido até o peso constante (AOAC, 2005).

O teor de lipídios foi calculado pela seguinte equação:

$$\% \text{ Teor de lipídios} = 100 \times \frac{N}{P} \quad (2)$$

sendo:

N = massa em gramas de lipídios;

P = massa em gramas da amostra.

4.4.5 Determinação do teor de amido

Para a determinação de amido, a metodologia foi adaptada de Lanara (1981). Foram pesados 0,5 g de crueira, em um reator hidrotermal de 100 mL e adicionados 50 mL de água destilada e 0,25 mL de NaOH 10%, os reatores foram levados a estufa a vácuo a 121 °C por 1 h. Após resfriamento das soluções, adicionou-se 2,5 mL de HCl concentrado. O recipiente foi levado novamente a estufa a vácuo por mais 30 min. Depois de esfriar o pH foi ajustado. As amostras foram então transferidas para balão volumétrico de 100 mL e adicionados 1 mL de cada solução anti-interferente. Os balões foram completados com água destilada, agitados e deixados em repouso para sedimentação. Em seguida, foi realizada a titulação com os reagentes de Fehling na presença do indicador de azul de metileno a 1%.

O cálculo do percentual de amido foi feito conforme a equação abaixo:

$$\text{Amido}\% = \frac{FC \times 500 \times 100 \times 0,9}{V \times PA} \quad (3)$$

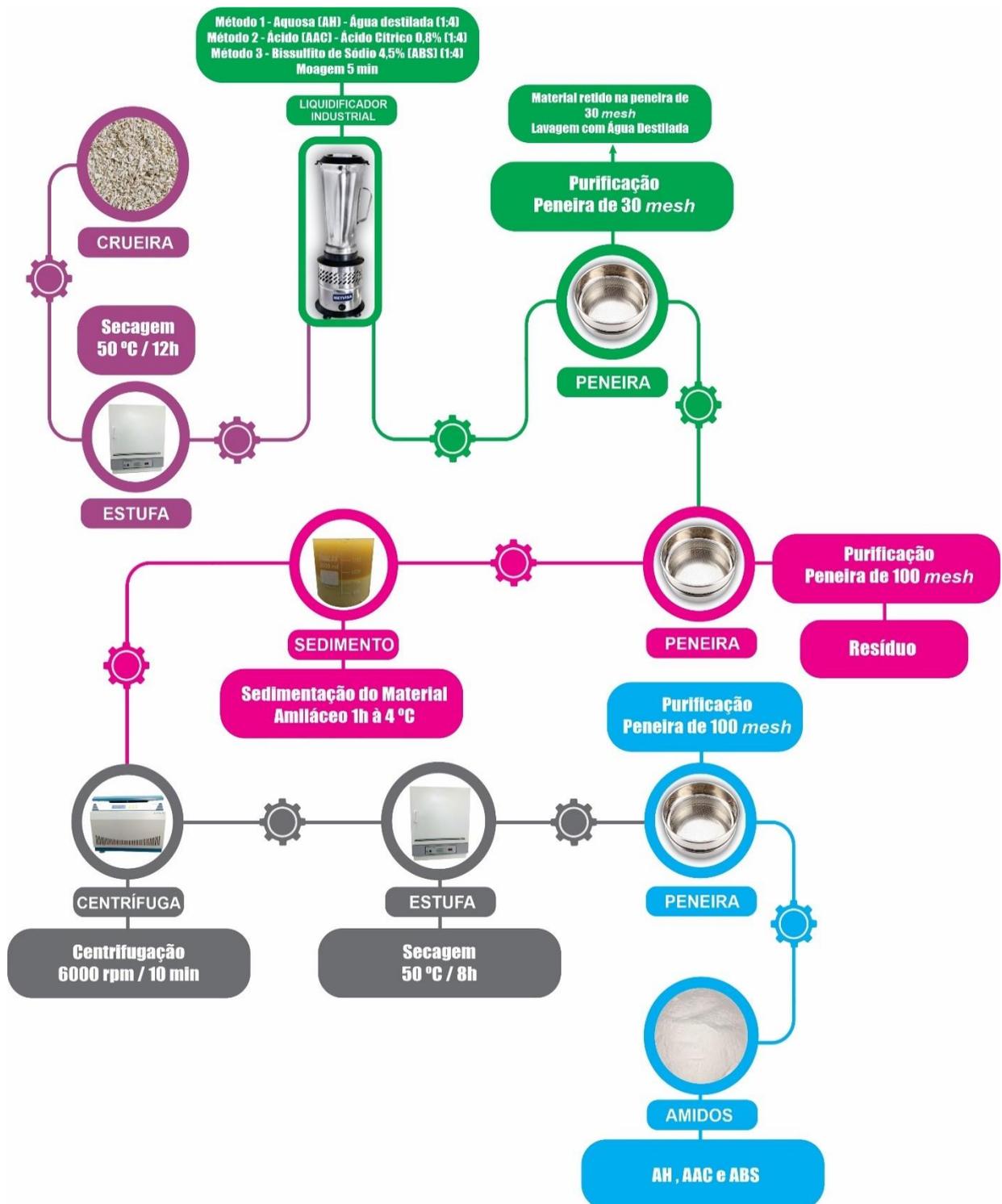
sendo: FC, o título da solução de Fehling; V é o volume da solução da amostra gasto na titulação (mL) e PA a massa da amostra (g).

4.5 MÉTODOS DE EXTRAÇÃO DO AMIDO DA CRUEIRA

O processo de extração do amido da crueira foi realizado por três métodos distintos, ácido, alcalino e aquoso, com o objetivo de avaliar o rendimento, suas características e

propriedades sem que haja modificação em sua estrutura. A Figura 10 mostra as etapas do processo de extração.

Figura 10 – Etapas gerais do processo de extração do amido da crueira: AAC, ABS e AH.



4.5.1 Extração por via aquosa

A crueira foi moída em liquidificador industrial com água destilada na proporção de 1:4 (p/v). A massa formada foi passada por peneiras com granulometria de 30 e 100 *mesh* (0,354 e 0,149 mm de abertura de tamanho). O material retido na peneira de 30 *mesh* foi lavado com água destilada, este processo foi feito para recuperação máxima de amido. Posteriormente, a solução foi deixada em repouso por 1 h a 4 °C para a decantação do material amiláceo. Em seguida, o material foi centrifugado a 6000 rpm a temperatura ambiente (25 °C) por 10 min. O sobrenadante foi descartado e o material amiláceo foi lavado sucessivas vezes. As amostras de amido foram secas em estufa a 50 °C por 8 h. O produto obtido foi moído, passado em malha de 100 *mesh* e mantido a temperatura ambiente para a realização das análises (KAYODE *et al.*, 2021).

4.5.2 Extração com Bissulfito de sódio (NaHSO₃)

O amido foi extraído de acordo com o método de Van hung *et al* (2017), com adaptações e/ou modificações. A crueira de mandioca foi moída com uma solução de 4,5% de NaHSO₃ em proporção de 1:4 (p/v) no liquidificador industrial por 5 min. A massa formada foi passada por peneiras com granulometria de 30 e 100 *mesh* (0,354 e 0,149 mm de abertura de tamanho). O material retido na peneira de 30 *mesh* foi lavado com água destilada, este processo foi feito para recuperação máxima de amido. O amido resultante foi lavado com água destilada para remover as substâncias contaminantes. Posteriormente, a solução foi deixada em repouso por 1 h a 4 °C, descartou-se o sobrenadante. Em seguida, o sedimento de amido foi recuperado por centrifugação a 6000 rpm por 10 min e seco em estufa a 50 °C por 8 h. Então, o material amiláceo foi moído e peneirado (100 *mesh*).

4.5.3 Extração ácida

O amido da crueira foi extraído pelo método de Di-Medeiros *et al* (2014), com modificações. A crueira foi triturada com a solução de 0,8% de ácido cítrico na proporção de 1:4 (p/v). Após esta etapa, a pasta formada foi passada por peneiras de malhas finas com abertura de 30 e 100 *mesh*. O material retido na peneira de 30 *mesh* foi lavado com água destilada e reprocessado para recuperação máxima de amido. A suspensão obtida foi deixada em um recipiente na geladeira na temperatura de 4 °C por 1 h. Após a decantação, o

sobrenadante foi seco em estufa a 50 °C por 8 h. As amostras secas foram moídas e passadas em peneira com malha de 100 *mesh*, para posterior caracterização.

4.6 RENDIMENTO

O rendimento das extrações aquosa, ácida e com bissulfito de sódio foram determinados pela relação da massa de amido seco e massa inicial da matéria-prima, sendo os resultados apresentados em g/100g. O cálculo foi feito pela seguinte equação:

$$\text{Rendimento da Extração (\%)} = \frac{S}{MCI} \times 100 \quad (4)$$

onde, S é a quantidade em gramas de amido extraído e MCI é a quantidade de crueira inicial em base seca.

4.7 CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA E ESTRUTURAL DO AMIDO DA CRUEIRA

O amido da crueira foi caracterizado quanto ao teor de umidade, cinzas, lipídios, teor de amilose, amilopectina, pH e cor. A morfologia e estrutura foram caracterizadas pelas técnicas FTIR, DRX e MEV.

Para a caracterização físico-química do amido foram realizadas as determinações de umidade, pH, cinzas e lipídios de acordo com os métodos descritos nos itens 4.4.1, 4.4.2, 4.4.3 e 4.4.4, respectivamente (AOAC, 2005).

4.7.1 Determinação do teor de amilose por UV-Vis

O teor de amilose foi determinado a partir da metodologia Martínez (1989). Para o preparo das amostras foi pesado 100 mg de amido mais 1 mL de álcool etílico PA (v/v). Posteriormente, foi acrescentado 9 mL de NaOH 1 mol.L⁻¹. A mistura foi colocada em banho-maria a 100 °C por 10 min. Após resfriado, as amostras foram transferidas para balão volumétrico de 100 mL e o volume completado com água destilada. Uma alíquota 5 mL foi retirada e transferida para balão volumétrico de 100 mL. Foi adicionado 1 mL de solução de ácido acético (1 mol.L⁻¹) e 2 mL de solução de iodo-iodeto de potássio (2 g de I₂ e 20 g de KI para 1 litro de solução). O volume do balão foi completado com água destilada e a solução foi

deixada em repouso por 30 min. Em seguida, as leituras foram feitas a 620 nm em um espectrofotômetro UV/Vis da marca Shimadzu modelo 1800.

Para a construção da curva padrão, foram utilizados aproximadamente 40 mg de amilose pura (Sigma-Aldrich > 99%) submetida ao mesmo procedimento utilizado para os amidos. Foram retiradas alíquotas de 1, 2, 3, 4 e 5 mL do balão volumétrico acrescidos de 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; e 1 mL de ácido acético e de 0,4; 0,8; 1,2; 1,6 e 2 mL de iodo respectivamente, completando-se o volume a 100 mL com água destilada. A leitura de absorvância foi realizada 30 min após a adição da solução de iodo a 620 nm.

4.7.2 Amilopectina

O teor de amilopectina foi determinado pela diferença:

$$\text{Amilopectina} = 100 - \text{amilose} \quad (5)$$

4.7.3 Determinação de cor

A determinação da cor dos amidos extraídos da crueira foi realizada através de um colorímetro DELTA VISTA/Marca: DELTA COLOR, operando no sistema CIE (L^* , a^* , b^*), onde (L) representa a luminosidade (L^*) ($L^* = 0$ preto e $L^* = 100$ branco); (a) define a transição da cor verde ($-a^*$) para o vermelho ($+a^*$) e (b) representa a transição da cor azul ($-b^*$) para amarela ($+b^*$).

4.7.4 Difração de raios X

As medidas de difração de raios X do amido foram realizadas em difratômetro Bruker, modelo D2Phaser, com radiação de cobre ($Cu\alpha = 1,5606 \text{ \AA}$). O ângulo 2θ foi escaneado de 5° a 100° com passo de $0,02^\circ$, corrente de 10 mA e tensão de 30 kV. Os difratogramas foram normalizados subtraindo-se o fundo do porta amostra vazio.

O grau de cristalinidade foi estimado quantitativamente, utilizando-se o software OriginLab 2018 SR1 b9.1.195, de acordo com o método de Nara e Komiya (1983). A área cristalina e a área amorfa foram obtidas por integração. A equação 5 foi utilizada para o cálculo da cristalinidade (C%).

$$C\% = \frac{Aa}{Aa+Ac} \times 100 \quad (6)$$

onde, A_a é área amorfa A_c é a área cristalina (NARA; KOMIYA, 1983).

4.7.5 Espectroscopia de infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)

A análise dos grupos funcionais presentes no amido da crueira foi realizada empregando-se um Espectrofotômetro Infravermelho com dispositivo de Reflectância Total Atenuada (ATR) da marca Agilent Technologies modelo Cary 630, do LSCN, no IFAM. A análise foi realizada no modo transmitância na faixa de 4.000 a 650 cm^{-1} , com resolução de 8 cm^{-1} e 128 varreduras. As amostras de amido estavam na forma de pó. As absorvâncias das razões 1047 cm^{-1} /1022 cm^{-1} foram extraídos da deconvolução usando o Peak Fit v4. 12. As medidas de intensidade foram realizadas nos espectros deconvoluídos registrando a altura das bandas de absorvância a partir da linha base.

4.7.6 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A morfologia da crueira e o tamanho do grânulo de amido da foram avaliados através de análises de MEV, em um microscópio Tescan Vega 3 em alto vácuo equipado com um espectrofotômetro de raio X por dispersão de energia (EDS) no Laboratório Temático de Microscopia e Nanotecnologia – LTMN, localizada no Instituto Nacional de Pesquisas da Amazônia - INPA. Antes de obter as imagens, 5 mg de cada amido (AH, AAC e ABS) foram dispersos em 2 mL de álcool isopropílico em tubos *ependorf* e sonicados por 10 min a temperatura ambiente. Posteriormente, alíquotas de 0,5 mL foram depositadas sob os *stubs* de alumínio e secos em estufa a 50 °C por 30 min. Posteriormente as amostras de amido foram revestidas com ouro via eletrodeposição em atmosfera de argônio.

O tamanho médio dos grânulos dos amidos foi estimado através do software ImageJ versão 1.49v.

4.8 PROPRIEDADES TÉRMICAS DO AMIDO

4.8.1 Análise Termogravimétrica

As análises termogravimétricas foram realizadas para os três amidos obtidos usando aproximadamente 10 mg de cada amostra aquecidas de 10 a 600 °C com uma taxa de

aquecimento de $10\text{ }^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$. Utilizou-se atmosfera de ar sintético sob um fluxo de gás nitrogênio com vazão de $50\text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$ em um analisador termogravimétrico Shimadzu TGA 50H. Para avaliar as percentagens de perda de massa e a termogravimetria derivada (DTG) utilizou-se o software de análise de dados OriginLab 2018 SR1 b9.1.195.

4.9 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Todas as extrações e análises foram realizadas em triplicata e avaliadas através de análise de variância (ANOVA), as médias foram comparadas pelo teste de Tukey ao nível de 5% de significância, utilizando o *Software Past 4.03*.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 PARÂMETROS FÍSICO-QUÍMICOS DA CRUEIRA DE MANDIOCA

Após a secagem e padronização, a crueira apresentou forma semelhante a uma farinha amarelada. Portanto, na Tabela 4 estão apresentados os resultados médios dos parâmetros físico-químicos da caracterização da crueira de mandioca.

Tabela 4 – Caracterização da composição físico-química da crueira de mandioca.

Parâmetros (g/100 g)	Valores obtidos
Umidade	12,47 ± 0,21
Cinzas	1,12 ± 0,07
Lipídios	0,82 ± 0,12
Amido	80,26 ± 0,12

A crueira apresentou teor de umidade de 12,47 g/100 g, este valor estava próximo aos dados da caracterização feita por Neves, Broetto e Marchese (2008) que obteve 15,5% de teor de umidade. Porém, foi divergente dos resultados encontrados por Rocha. *et al* (2016) ao estudarem a composição físico-química da crueira. O valor obtido no presente estudo pode estar relacionado a diferentes fatores, como a etapa de prensagem do processo de produção de farinha removendo o máximo de água presente na massa moída, para facilitar o processo de torração da mandioca, essa perda de água é importante a fim de conservar o produto final e depende de cada processo de produção de farinha (CHISTÉ; OLIVEIRA, 2006).

O teor de cinzas e lipídios são componentes importantes, pois quanto menor a presença deles, mais simples e fácil é o processo de extração de amido (LI *et al.*, 2021; NUNES; JESUS, 2009). A crueira obteve 1,12 e 0,82 g/100 g de teor de cinzas e lipídios, respectivamente. Superior aos valores encontrados em outros estudos que caracterizaram a crueira de mandioca (0,44% de lipídios e 0,90% de cinzas) (NEVES; BROETTO; MARCHESE, 2008; ROCHA *et al.*, 2016). O valor de cinzas obtido neste estudo foi baixo em comparação a outras fontes vegetais, como o cará, kiwicha e de sementes de nêspira que contém 2,56, 2,01 e 0,99 % de teor de cinzas, respectivamente (COSTA *et al.*, 2021; OLIVEIRA *et al.*, 2021).

A crueira é um resíduo de grande potencial para o isolamento do amido, pois apresentou elevado percentual de amido (80,76 g/100 g), o que caracteriza um excelente material para isolar amido. Este resíduo possui valor muito superior em comparação com outras fontes

botânicas, como a lobeira que possui 51% e o cará que possui em torno de 77% em sua composição (OLIVEIRA *et al.*, 2021; PASCOAL *et al.*, 2013). O resultado obtido neste estudo para o teor de amido é equiparável ao estudo realizado por Rocha *et al* (2016) que obtiveram 82% de amido em sua composição.

Os valores da composição podem apresentar discrepância, porém a quantidade desses componentes varia de acordo com o modo de cultivo, condições climáticas, solo, método de armazenamento, entre outros fatores que afetam as características de cada amostra.

5.2 RENDIMENTO DA EXTRAÇÃO DO AMIDO DA CRUEIRA DE MANDIOCA

O amido foi isolado da crueira usando diferentes soluções de NaHSO₃, C₆H₈O₇ e H₂O. Conforme mostrado na Tabela 5, os rendimentos das extrações, com base em peso seco, foram de 43,97 %, 56,02 % e 49,39 % para AH, ABS e AAC, respectivamente

Tabela 5 – Rendimento das extrações de amido pelos métodos AAC, ABS e AH.

Amostras	Rendimento (%)
AAC	49,39 ± 2,59 ^a
ABS	56,02 ± 2,23 ^b
AH	43,97 ± 5,05 ^a

Valores com letras diferentes são significativamente diferentes pelo teste de Tukey (p<0,05).

O rendimento da extração de amido é um parâmetro extremamente importante na aplicação industrial, além de ser uma característica de qualidade do amido é também de valorização dos métodos de extração e do produto (TESSEMA; ADMASSU, 2021). Para o amido extraído da crueira de mandioca, até o momento, não foram encontrados dados na literatura em relação ao rendimento do isolamento por via ácida, básica e aquosa.

O rendimento do ABS apresentou diferença significativa em comparação com o AAC e o AH, o que pode ser atribuído ao uso de bissulfito de sódio que inibe o crescimento microbiano e a atividade da amilose melhorando a sedimentação do amido, o que pode ocasionar em um melhor rendimento (VAN HUNG *et al.*, 2017).

Recentemente, Tessema e Admassu (2021) isolaram o amido de anchote com diferentes concentrações de metabissulfito de sódio a fim de aumentar o rendimento. Os resultados mostraram que o uso da solução de metabissulfito de sódio melhora significativamente o rendimento do amido devido a dissolução do metabissulfito de sódio em água formando o íon

Na⁺ e o íon bissulfito (HSO⁻). O íon bissulfito reage com H⁺ e forma SO₂⁻, um agente redutor capaz de quebrar as ligações dissulfeto que envolvem os grânulos de amido de proteína da matriz e assim liberando os grânulos de amido o que pode auxiliar na separação do amido e assim aumentar o rendimento de amido (TESSEMA; ADMASSU, 2021).

Métodos alcalinos são utilizados para obtenção de maior rendimento de amido. Belhadi *et al* (2013) isolaram o amido dos grãos de sorgo pelo método alcalino e ácido, estes métodos proporcionam maior rendimento de extração e um amido mais puro, respectivamente (BELHADI *et al.*, 2013). Em comparação com outras fontes de amido como o feijão-verde, frutos de pupunheira e amaranto, os três métodos de extração (ABS, AAC e AH) proporcionaram maiores rendimentos (BET *et al.*, 2019; LI *et al.*, 2021; MOORTHY; SAJEEV; ANISH, 2018; PIRES *et al.*, 2021).

Neste trabalho, a fim de aumentar o rendimento da extração, foram feitas quatro lavagens, até que a coloração da suspensão que passasse pela peneira fosse incolor. A centrifugação também contribuiu para o rendimento, pois essa etapa visa separar as moléculas de proteína e/ou gordura do amido. Alguns processos de extração de amido envolvem a utilização de bases fortes e tratamentos enzimáticos, porém isso pode aumentar os custos do processo e proporcionar maior tempo de extração, além de ocasionar alterações nas propriedades do amido (BET *et al.*, 2019).

O rendimento da extração de amido por diferentes fontes pode ser atribuído à diferença de diversos fatores, tais como associações de grânulos de amido com outros constituintes, as condições de armazenamento das raízes, tamanho dos grânulos e a eficiência do método de isolamento (DEREJE, 2021; ESTRADA-LEÓN *et al.*, 2016; VILPOUX; BRITO; CEREDA, 2019).

5.3 COMPOSIÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DOS AMIDOS DA CRUIERA DE MANDIOCA

A qualidade do amido pode ser julgada pelo teor de algumas substâncias, como teor de cinzas, lipídios e proteínas, quanto menor o valor desses componentes, melhor a qualidade do processo extrativo e menor será a influência desses parâmetros nas propriedades do amido (ESTRADA-LEÓN *et al.*, 2016; SALGADO-ORDOSGOITIA *et al.*, 2018). As propriedades físico-químicas e o teor de amilose dos três diferentes amidos isolados da crueira são apresentados na Tabela 6.

Tabela 6 - Propriedades físico-químicas e o teor de amilose dos amidos isolados da crueira de mandioca.

Composição	AH	AAC	ABS
Umidade (g/100 g)	9,48 ± 0,74 ^a	14,74 ± 0,17 ^b	11,28 ± 0,32 ^c
Cinzas (g/100 g)	1,044 ± 0,17 ^a	0,39 ± 0,01 ^b	0,92 ± 0,05 ^a
Lipídios (g/100 g)	0,25 ± 0,04 ^a	0,14 ± 0,02 ^b	0,10 ± 0,04 ^b
Amilose (%)	25,86 ± 0,91 ^a	22,27 ± 0,22 ^b	23,18 ± 0,71 ^b
Amilopectina (%)	74,14 ± 0,91 ^a	77,73 ± 0,22 ^b	76,82 ± 0,71 ^b
pH	4,36 ± 0,09 ^a	3,79 ± 0,17 ^b	6,65 ± 0,07 ^c

Valores com letras diferentes são significativamente diferentes pelo teste de Tukey ($p < 0,05$).

É possível observar que o teor de umidade do amido de crueira variou de 9,48 a 14,74 g/100 g, possuindo diferença estatística ($p < 0,05$) entre os amidos estudados. (TESSEMA; ADMASSU, 2021). O método AH proporcionou menor teor de umidade em comparação com os métodos AAC e ABS, este fato está relacionado com o processo de extração, já que a água não promove muitas alterações no amido possuindo composição química similar à da matéria-prima estudada, ou seja, o amido está associado a maior quantidade de proteínas e gorduras e isso interfere na captação de água pelo grânulo consequentemente possuindo menor teor de umidade (MA *et al.*, 2008). O que pode ser comprovado também pelo teor de amilopectina, responsável pela parte cristalina do amido. Os grânulos de amido que são mais ricos em cadeias longas de amilopectina são mais fáceis de se hidratarem, por isso o teor de umidade de AAC e ABS é maior em comparação com o AH (Tabela 6) (PARKER; RING, 2001).

Nunes e Jesus (2009) isolaram amido de três tipos diferentes de raízes de mandioca e obtiveram valores próximos aos encontrados no presente estudo. Todas as amostras estão de acordo com a legislação brasileira, que permite um máximo de 18 % para a fécula de mandioca (BRASIL, 2005). Não existe regulamentação para amidos de fontes não convencionais.

Este parâmetro é importante pois influencia na estabilidade microbiológica do alimento e na qualidade do amido, além disso, estudos relatam que o baixo teor de umidade possibilita seu uso como produto comercial (ESTRADA-LEÓN *et al.*, 2016; MAKROO *et al.*, 2021; VILPOUX; BRITO; CEREDA, 2019; WIJAYA *et al.*, 2019). As diferenças no teor de umidade indicam a diversidade na composição química dos amidos podendo ter diferença no número de sítios hidrofílicos que influenciam a capacidade de retenção de umidade (WANI *et al.*, 2016).

A qualidade do amido pode ser julgada pela pureza em alguns aspectos, como o teor de cinzas, quanto menor o valor desse componente, maior a qualidade do processo extrativo e grau de pureza do amido, além de ser mais fácil a extração de amido (ESTRADA-LEÓN *et al.*, 2016;

PIRES *et al.*, 2021). Neste estudo o teor de cinzas variou de 0,39 a 1,044 g/100 g. O método AAC apresentou diferenças estatísticas ($p < 0,05$) entre os métodos AH e ABS, é possível afirmar que houve redução no teor cinza do amido da crueira de mandioca, devido aos métodos de obtê-los, já que o resíduo apresentou 1,12 g/100 g de teor de cinzas. Amidos isolados pelo método AH e ABS apresentaram maiores teores de cinzas em comparação com o método AAC. O uso da água como solvente não promove muitas alterações nas características estruturais dos grânulos de amido e mantém sua alta composição química (HU *et al.*, 2018). Além disso, o alto teor de cinzas pode indicar a presença de sais associados às moléculas de amilose e amilopectina (MARCON; AVANCINI; AMANTE, 2007).

Palacios-Fonseca *et al* (2013) isolaram amido de milho usando três métodos diferentes de extração e relataram que a diferença no teor de cinzas é devido ao método de isolamento, pois no tratamento alcalino, a difusão de íons para grânulos de amido depende do tempo, mostrando que o tratamento alcalino favorece a difusão de íons Na^+ dentro dos grânulos de amido e possivelmente gera um resíduo alcalino nesta amostra, aumentando o teor de cinzas. No entanto, mesmo com maior contaminação por cinzas, a utilização desse amido não é invalidada, pois depende de onde ele será aplicado (LIPORACCI; MALI; GROSSMANN, 2005). Esses resultados mostraram que a porcentagem de cinzas pode ser afetada pela composição de cada planta e pelo método de extração. Portanto, são fatores importantes a serem considerados no isolamento do amido e são de grande relevância para sua aplicação na indústria.

No método AAC, os ácidos rompem as ligações de hidrogênio, atacando primeiramente a estrutura amorfa, reduzindo o peso molecular e conseqüentemente ocorrendo a hidratação dos grânulos. As reações de quebra das redes de proteínas que envolvem os grânulos de amido também acontecem com a utilização do ácido, portanto influencia na obtenção de menor quantidade de cinzas (LOPES *et al.*, 2006).

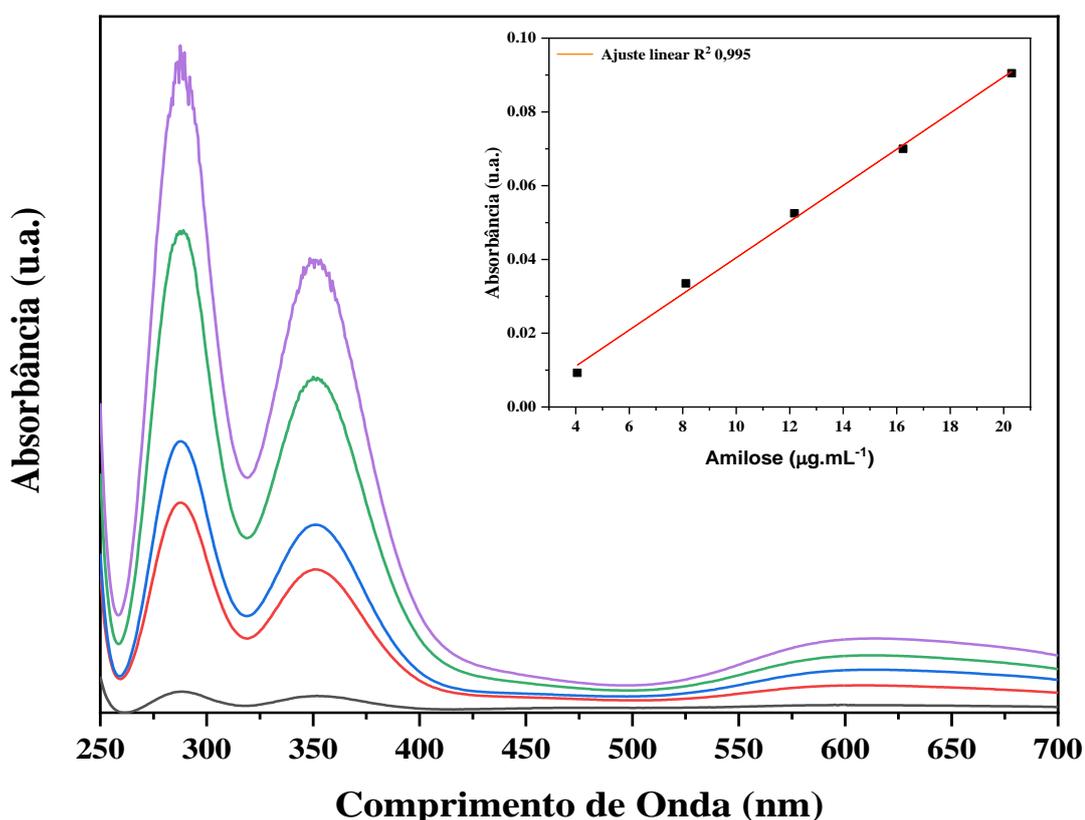
O teor de lipídios encontrado variou de 0,10 a 0,25 g/100 g com os diferentes métodos de extração empregados. Os lipídios no amido encontram-se nas camadas superficiais ou estão no interior do grânulo complexados com a amilose, os que não estão complexados são removidos no processo de extração (MORRISON, 1995). Não houve diferença significativa entre os métodos AAC e ABS que obtiveram menor teor de lipídios, indicando que a solução ácida e alcalina teve uma melhor solubilização dos lipídios, concordando com estudo realizado com o amido do mesocarpo de babaçu (MANIGLIA; TAPIA-BLÁCIDO, 2016). Os três estudos de isolamento reduziram o teor de lipídios do amido da crueira, comprovando que todos os métodos avaliados neste trabalho podem ser usados para reduzir o teor de gordura.

O pH também é um parâmetro que afeta as propriedades do amido. Para os métodos de extração estudados o pH apresentou diferença estatística ($p < 0,05$) mostrando, mais uma vez a importância de determinar o melhor método de extração. Constatou-se que o pH das soluções de amido da crueira variou entre 3,79 e 6,65. A faixa de pH permitida para o amido está entre 4 e 7. Os amidos que possuem baixos pH apresentam contaminação por ácidos orgânicos que possuem baixo peso molecular, estudos mostram que esses ácidos são formados por operações microbianas sobre o amido. Além disso, amido com nível mais baixo de pH pode sofrer degradação por ação do ácido, resultando em odor e sabor desagradáveis (AWOL *et al.*, 2020). Os valores de pH encontrados pelo método ABS foram próximos ao relatado para o amido de inhame (6,96), já o amido obtido pelo método AH estava em concordância com os resultados relatados para os amidos de batata e mandioca (MBOUGUENG *et al.*, 2012; OLIVEIRA *et al.*, 2021).

5.3.1 Teor de amilose e amilopectina

As soluções-padrão de amilose geraram uma curva com concentrações de 4 a 20 $\mu\text{g.mL}^{-1}$, expostas na Figura 11, permitindo determinar a quantidade de amilose presente nos amidos da crueira.

Figura 11 – Curva padrão de absorvância de amilose.



A equação da reta obtida foi, $y = 0,0085x - 0,0049$, sendo y a absorvância e x a concentração em $\mu\text{g.mL}^{-1}$. O ajuste linear buscou gerar uma equação para estimar a concentração de amilose com os valores da absorvância e esse ajuste foi de 0,995 representado pelo R^2 . A partir da curva relaciona-se os valores e obtém-se os percentuais de amilose para os três amidos da crueira (AH, ABS e AAC), expostos na Tabela 6.

O teor de amilose apresentou diferenças estatísticas ($p < 0,05$) entre os três métodos de extração, variando de 22,27 a 25,86 %. O método AH produziu maior teor de amilose em relação aos métodos AAC e ABS. Conteúdo semelhante de amilose nos amidos de mandioca foi relatado em outros estudos (CHISENGA *et al.*, 2019; MOORTHY; SAJEEV; ANISH, 2018). A diferença no teor de amilose do amido de crueira pode ser atribuída aos métodos de extração de amido utilizados. O teor de amilose varia de acordo com a fonte botânica, mas geralmente é entorno de 20 a 30 % em cereais e de 15 a 25 % em tubérculos (PASCOAL *et al.*, 2013).

Os amidos podem ser classificados em tipos cerosos, semi-cerosos, normais/regulares e com alto teor de amilose quando o teor de amilose é 0-2 %, 3-15 %, 15-35 % e > 40 % do amido total, respectivamente (MUBANGA CHISENGA, 2021). Portanto, todos os amidos obtidos, extraídos pelos três métodos, foram classificados como do tipo normal (ALCÁZAR-ALAY; MEIRELES, 2015).

Os resultados obtidos neste estudo mostraram que os teores de amilose no amido extraído da crueira tiveram valores semelhantes aos relatados em outros trabalhos, como os amidos de batata-doce utilizados na indústria chinesa, variando de 13,33 a 26,83 % (ABEGUNDE *et al.*, 2013) e variedades de raiz de mandioca congelada (22,05–26,41 %) (KAYODE *et al.*, 2021). Além disso, foram próximos aos amidos comerciais como amido de milho (28,3%) e mandioca (21,9%) (PRZETACZEK-ROŻNOWSKA, 2017; ZHANG, L. *et al.*, 2018).

Em relação a amilopectina, grande percentual encontrado para o amido de crueira (Tabela 6) é devido a quantidade superior de cadeias ramificadas. Este parâmetro influencia diretamente na solubilidade e como consequência, possui maior resistência a penetração de água.

5.4 PARÂMETROS INSTRUMENTAIS DA COR DO AMIDO

Os valores expostos na Tabela 7 mostram os parâmetros L^* que correspondem a luminosidade, a^* (-verde; + vermelho) e b^* (-azul; + amarelo) dos amidos obtidos. A cor do

amido é um parâmetro muito importante, pois influencia diretamente em sua qualidade, para alguns tipos de produtos alimentícios, sendo um fator determinante na aceitação dos consumidores. Para os amidos mais puros, o valor de L^* é superior a 90 (COSTA *et al.*, 2021; RAHAYU *et al.*, 2019).

A Figura 12 mostra uma leve diferença nos tons dos amidos obtidos pelos três métodos de extração. Destacando-se a amostra ABS que apresentou um tom mais branco.

Tabela 7 – Parâmetros de luminosidade dos amidos extraídos da crueira por diferentes métodos (AH, AAC e ABS).

Parâmetros	AH	AAC	ABS
L^*	$83,09 \pm 0,01^a$	$80,44 \pm 0,05^b$	$83,49 \pm 1,07^a$
a^*	$0,66 \pm 0,01^a$	$1,93 \pm 0,09^b$	$0,59 \pm 0,2^a$
b^*	$3,55 \pm 0,01^a$	$2,22 \pm 0,03^b$	$2,16 \pm 0,44^b$

Valores na mesma linha com letras diferentes são significativamente diferentes pelo teste Tukey ($p < 0,05$)

Figura 12 - Amido da crueira de mandioca extraído com água (AH), solução de ácido cítrico (AAC) e bissulfito de sódio (ABS).



Os parâmetros de luminosidade L^* e a^* para o AAC e ABS diferiram estatisticamente entre si ($p < 0,05$). Mostrando que a cor é influenciada pelo método de extração utilizado. Observa-se uma maior luminosidade para o amido extraído em solução de bissulfito de sódio (ABS) caracterizando-o como um amido de cor clara ao ser comparado com o amido extraído com ácido cítrico. O método ABS proporcionou um material mais luminoso, representado pelo parâmetro L^* , com baixas tendências ao vermelho (a^*), amarelo e ao azul (b^*). O uso do bissulfito de sódio evita a reação de escurecimento enzimático no amido resultando em uma cor mais brilhante (VAN HUNG *et al.*, 2017). Xu *et al* (2018) extraíram amido da batata-doce roxa e amarela. Estas raízes de tubérculos possuem diferentes quantidades de pigmentos e compostos

fenólicos que afetam a extração de amido. A utilização de tratamentos alcalinos como $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ e NaHSO_3 minimizaram o escurecimento do amido.

Os resultados obtidos neste estudo estão de acordo com a composição proximal estudadas neste trabalho (Tabela 6). Portanto, para aumentar a brancura do amido da crueira, pode ser necessária a remoção máxima de lipídios, proteínas e outros componentes da pasta durante a extração. Em relação a aplicação, amidos que possuem parâmetros de cor branca de alta luminosidade e baixos valores de a^* e b^* podem ser utilizados em sorvetes, espessantes em pasta de frutas e doces. Já os amidos mais opacos podem ser utilizados em molhos para salada (DÍAZ *et al.*, 2016; OLIVEIRA *et al.*, 2021).

Os parâmetros de luminosidade do amido da crueira obtido pelos três métodos de extração foram melhores ao ser comparados aos valores encontrados para o amido de nêpera extraído com água. Os dados de L^* , a^* e b^* foram de (79,23), (6,19) e (15,93), respectivamente (COSTA *et al.*, 2021). Porém, os autores obtiveram tons mais amarelados e descreveram que esta característica pode ser devido à alta presença de fibras e outros compostos (COSTA *et al.*, 2021). Além disso, resultados semelhantes foram descritos por Olatunde; Arogundade; Orija (2017) para o amido extraído da banana utilizando uma solução de ácido cítrico na extração, este obteve um valor de L^* (81,23) próximo ao encontrado neste trabalho.

A clareza do amido é diretamente dependente da fonte utilizada e pode ser alterada através da adição de reagentes químicos e pela modificação enzimática.

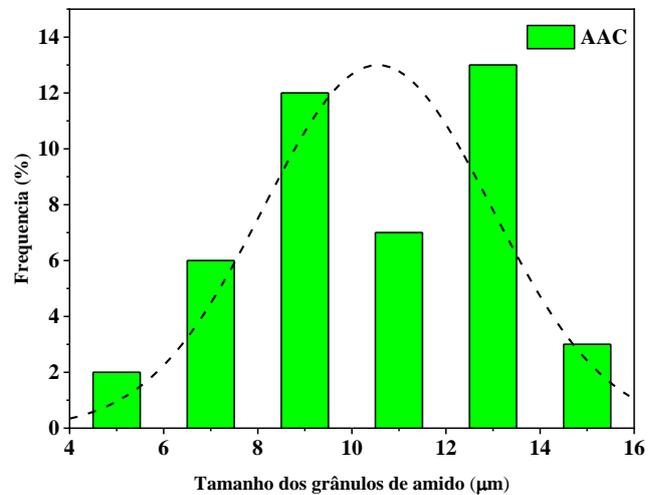
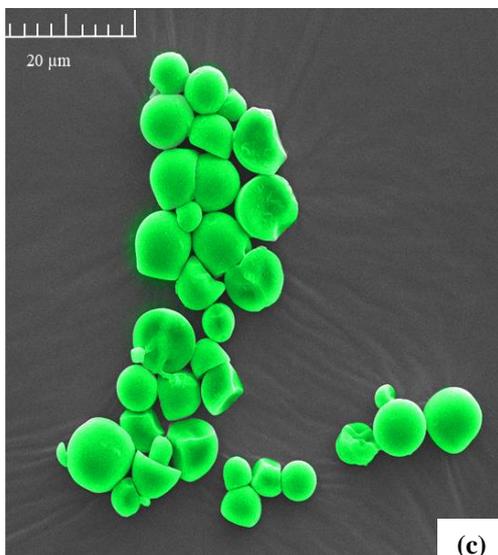
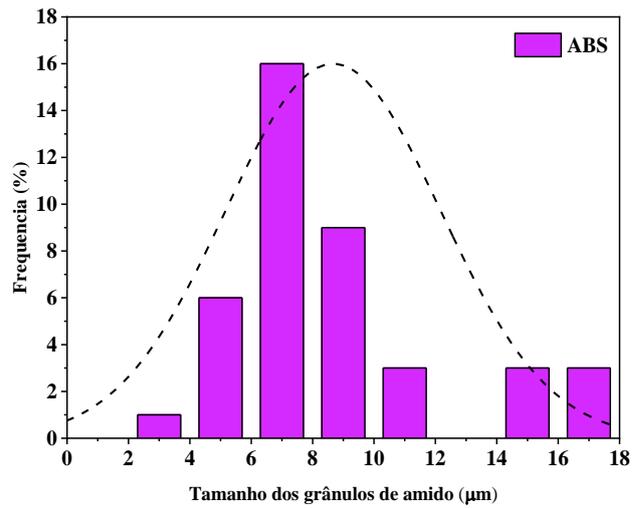
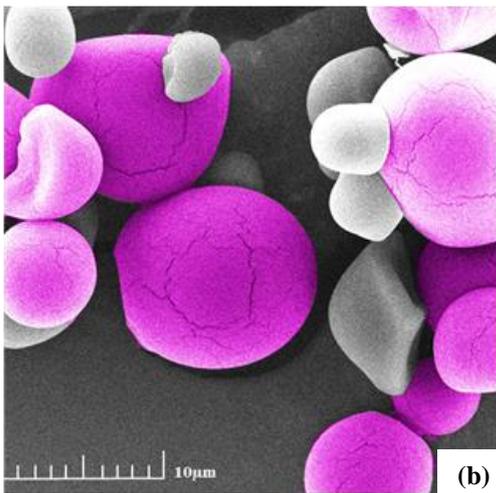
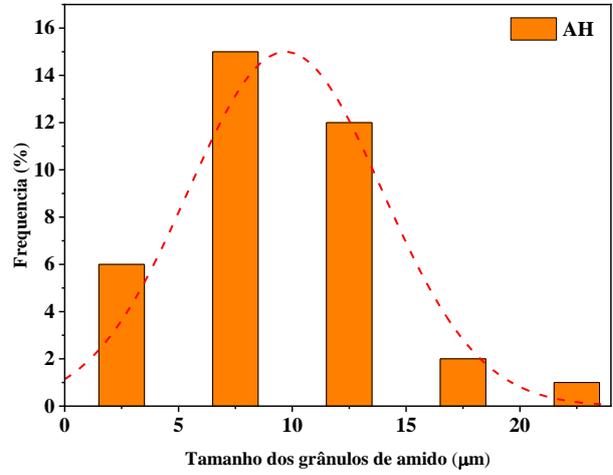
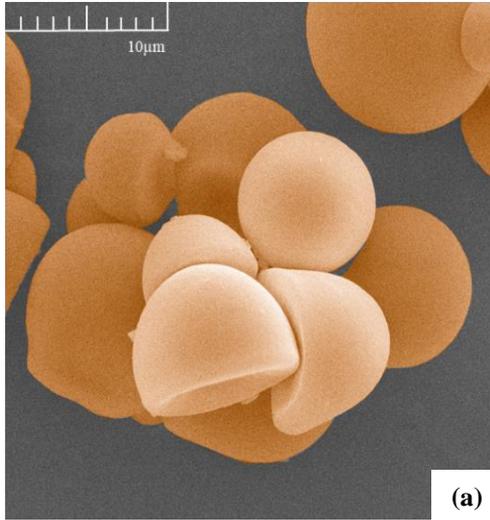
5.5 CARACTERÍSTICA MORFOLÓGICA E ESTRUTURA CRISTALINA DOS AMIDOS OBTIDOS PELO ISOLAMENTO DA CRUEIRA

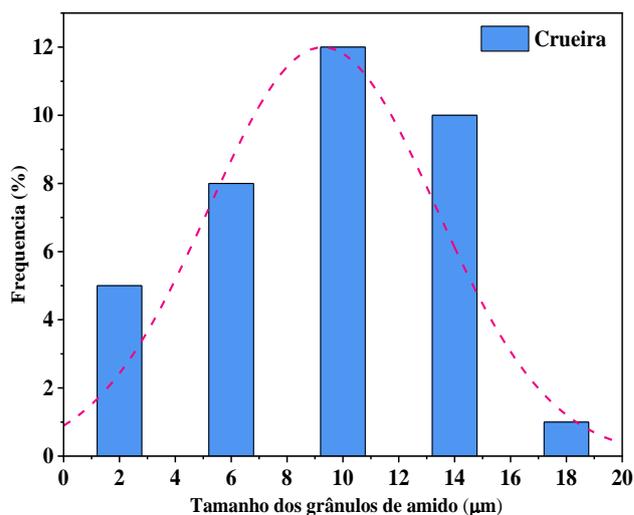
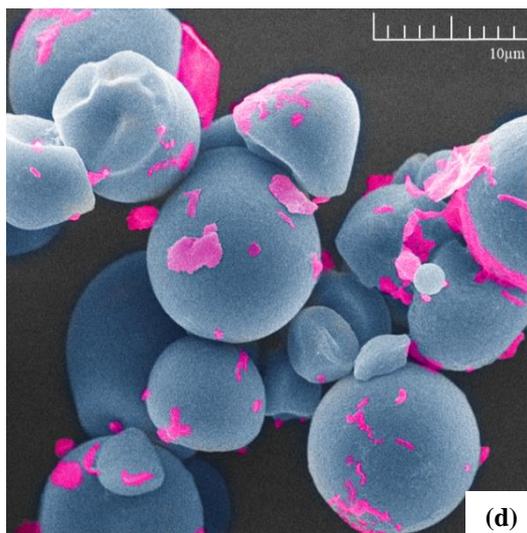
5.5.1 Microscopia eletrônica de varredura (MEV)

A morfologia dos grânulos de amido desempenha um papel significativo na caracterização e identificação de suas propriedades funcionais. As micrografias e histogramas dos grânulos de amido da crueira de mandioca e do resíduo são expostas na Figura 13.

Os três amidos obtidos apresentaram formatos semelhantes de uma configuração esférica com um truncamento arredondado em direção ao centro, apresentando ainda, grânulos grandes e pequenos. Um arranjo semelhante de grânulos de amido foi relatado para a fécula de mandioca (REN *et al.*, 2010) e para os amidos isolados de tubérculos de batata-doce roxa, amarela e branca (XU *et al.*, 2018).

Figura 13 – Micrografias e histogramas de frequência do tamanho dos grânulos da crueira e dos amidos obtidos pelo processo AH, ABS e AAC. Os resultados são mostrados pela porcentagem relativa de partículas de um diâmetro. Imagens de microscopia eletrônica de varredura: (a) AH; (b) ABS; (c) AH; (d) Crueira.





Na micrografia da crueira, exposta na Figura 13d pode-se observar uma superfície sem rachaduras e com a presença de pequenos componentes agregados (coloração rosa) aos grânulos de amido. Essas microestruturas agregadas podem corresponder a fibras. Já a superfície dos amidos obtidos por AAC (Figura 13c) e AH (Figura 13a) eram lisas, mas ainda apresentavam pequenas impurezas aderidas a superfície dos grânulos e não possuíam rachaduras. Esses resultados podem ser explicados pela condição de extração mais branda. Para o amido extraído pelo método ABS (Figura 13b), a superfície apresentou algumas rachaduras, esse dano pode estar associado ao método de extração, já que modificações são motivadas pela utilização de agentes químicos no processo de extração, devido ao aumento e diminuição do pH, sustentado pela lixiviação provocada nas lavagens aplicadas. Zhang *et al* (2019) isolaram o amido pelo método alcalino (NaOH) e causaram rachaduras na superfície. O método de extração alcalina pode levar à ruptura dos grânulos de amido, despolimerização e reticulação. Amidos que apresentam superfícies lisas com a ausência de fissuras indicam a pureza da extração (OYEYINKA; OYEYINKA, 2018).

Quanto ao tamanho, a distribuição apresentada nos histogramas (Figura 13a, 13b e 13c) mostrou grânulos de diferentes tamanhos com um comportamento aleatório para os amidos AH, AAC e ABS, evidenciando a diversidade das formas dos materiais. Já para a crueira as formas mostraram-se mais simétricas (Figura 13d). Porém não houve diferença significativa ($p < 0,05$) no tamanho para as quatro amostras observadas na Figura 13. O isolamento por ABS proporcionou o tamanho médio de partícula de $8,66 \pm 3,5\mu\text{m}$, com predomínio de grânulos na faixa de $6-8\mu\text{m}$. Para o AH a média foi de $9,66 \pm 4,2\mu\text{m}$ com concentração maior na faixa de $5-10\mu\text{m}$ o amido AAC a média foi de $10,54 \pm 2,42\mu\text{m}$ a distribuição mostrou grânulos de

diferentes tamanhos predominantemente na faixa de 8-10 μ m e 12-14 μ m. A crueira apresentou diâmetro na média de $9,28 \pm 4,07$ apresentando predominância maior no intervalo de 8-12 μ m. Pode-se observar uma menor variação no diâmetro médio dos amidos extraídos pelo método ABS ($\pm 3,5\mu$ m), ou seja, apresentaram uma maior uniformidade entre os grânulos.

A sutil diferença entre o tamanho dos amidos pode ser devido à forma como o material foi obtido e condições de extração do amido. Anteriormente, Gama e colaboradores (2015) relataram para o amido de mandioca o diâmetro médio de partícula entre 12 e 19 μ m, diferente dos resultados obtidos neste estudo. Porém todos os amidos estudados neste trabalho apresentaram tamanho médio dentro da faixa observada para o amido de frutos da pupunha 2-10 μ m (PIRES *et al.*, 2021). Assim, grânulos de tamanho pequeno foram obtidos pelos métodos ABS e AH, enquanto o AAC produziu grânulos médios (LINDEBOOM; CHANG; TYLER, 2004).

As metodologias adotadas foram escolhidas para não modificar a morfologia final do amido. Para os métodos AH e AAC há a necessidade de etapas adicionais para remover completamente as partículas agregadas nas superfícies dos grânulos e aumentar a pureza das extrações. Muitas formas podem ser encontradas nos grânulos de amido pois a sua morfologia é afetada pela fisiologia vegetal, origem botânica e diferentes condições ambientais (GAMA; ARAÚJO LUCAS; GONÇALVES MACEDO, 2015; TESSEMA; ADMASSU, 2021).

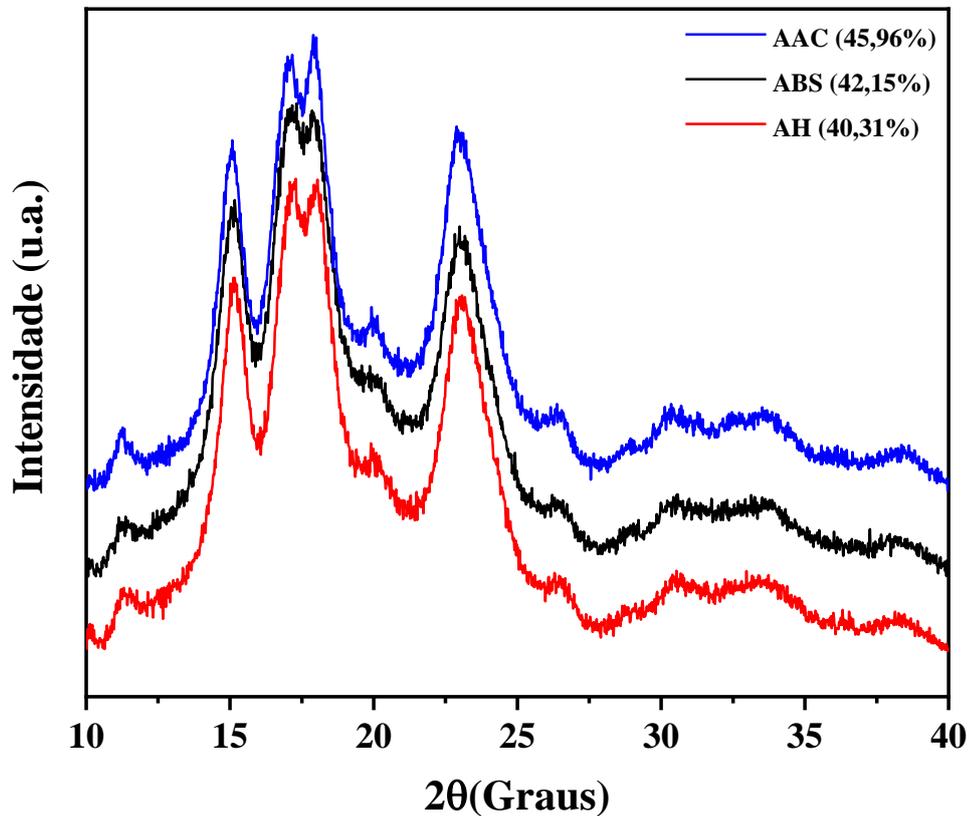
5.5.2 Difração de raios X

O padrão de cristalinidade fornece informações a respeito das características funcionais e físico-químicas do amido, dependendo da origem botânica o amido pode exibir diferentes padrões de cristalinidade. Na Figura 14 estão representados os difratogramas resultantes de três diferentes extrações de amido da crueira, revelando algumas características de picos de amido em 2θ 15,08°, 22,92° e dois picos em 17° e 18°. A forte reflexão em 2θ 17° é um indicativo de teor de amilose, além disso, à medida que o teor de amilose aumenta, o pico em 2θ 15,08° torna-se mais fraco e mais amplo (CHEETHAM; TAO, 1998).

No DRX é possível notar a presença de uma fase predominante (dentro os polimorfos do amido) dos materiais. Os três amidos (AH, ABS e AAC) apresentam picos de difração característicos da estrutura monoclinica do amido, os quais podem ser indexados no padrão de difração do amido do tipo A (AI; JANE, 2016; DOME *et al.*, 2020; POPOV *et al.*, 2009; ZENG *et al.*, 2011). A elevada largura dos picos de difração e a ausência de picos intensos e bem definidos é uma forte evidência de estruturas semicristalinas, o que está de acordo com amidos

de outras fontes como batata-doce e mandioca estudados por outros autores (DA COSTA PINTO *et al.*, 2021; DOME *et al.*, 2020; ROCHA; CARNEIRO; FRANCO, 2010).

Figura 14 - Padrão de difração de raios X de diferentes extrações da crueira. Os números entre parênteses indicam o grau de cristalinidade.



Pode-se notar que diferentes métodos de extração de amido da crueira diferem significativamente ($p < 0,05$) no grau de cristalinidade, além disso, a extração AH apresenta menor grau de cristalinidade correspondendo a 40,31 %. Esse fato pode ser explicado devido ao método de extração utilizado, pois a água causa pouca alteração na região cristalina. As extrações AAC e ABS apresentaram valores a 45,96 e 42,15 % de cristalinidade, respectivamente (Tabela 8). Os valores obtidos neste estudo foram próximos aos encontrados para o amido de nêspira (35,81 e 42,39 %) para dois métodos de extração estudados (COSTA *et al.*, 2021).

O maior grau de cristalinidade obtido foi para o AAC, este resultado pode ser atribuído a utilização do ácido. A região cristalina do grânulo de amido é composta por cadeias laterais de amilopectina, a maceração ácida atingiu os ramos de dupla hélice da amilopectina o que causou o aumento da cristalinidade (COSTA *et al.*, 2021).

Tabela 8 – Comparação dos resultados obtidos da cristalinidade neste trabalho com outras fontes de amido.

Amostras	C (%)	FTIR	Referências
AH	40,31 ± 1,60 ^a	0,50	♦
AAC	45,96 ± 1,45 ^b	0,54	♦
ABS	42,15 ± 1,63 ^a	0,53	♦
Amido de Tapioca	42,00	-	(DOME <i>et al.</i> , 2020)
Ariá	22,17	-	(DA COSTA PINTO <i>et al.</i> , 2021)

♦ este trabalho

Comparando os resultados de DRX, exibidos na Tabela 9, podemos notar pequenas diferenças entre eles na forma de intensidade e largura à meia altura dos picos. A extração pelo método AAC leva aos picos mais intensos e revela os picos menos largos, o que sugere que eles são os mais cristalinos entre os três métodos, seguidos pela extração de ABS e AH. Por outro lado, o grau de cristalinidade é inversamente proporcional ao teor de amilose e sabe-se que o amido normal consiste em cerca de 80% de amilopectina e no máximo 30% de amilose, que é inerente à maioria dos cereais (CLIFTON; KEOGH, 2016; SEUNG, 2020), ou seja, a extração de AH possui maior teor de amilose enquanto a extração de AAC e ABS possuem menor teor de amilose devido à maior cristalinidade, além disso, a região amorfa do amido é composta por amilose e cadeias longas de amilopectina e estes são alinhados radialmente dentro de estruturas complexas na matriz semicristalina (SEUNG, 2020).

Tabela 9 - Posições dos picos e suas largura à meia altura para as extrações dos amidos.

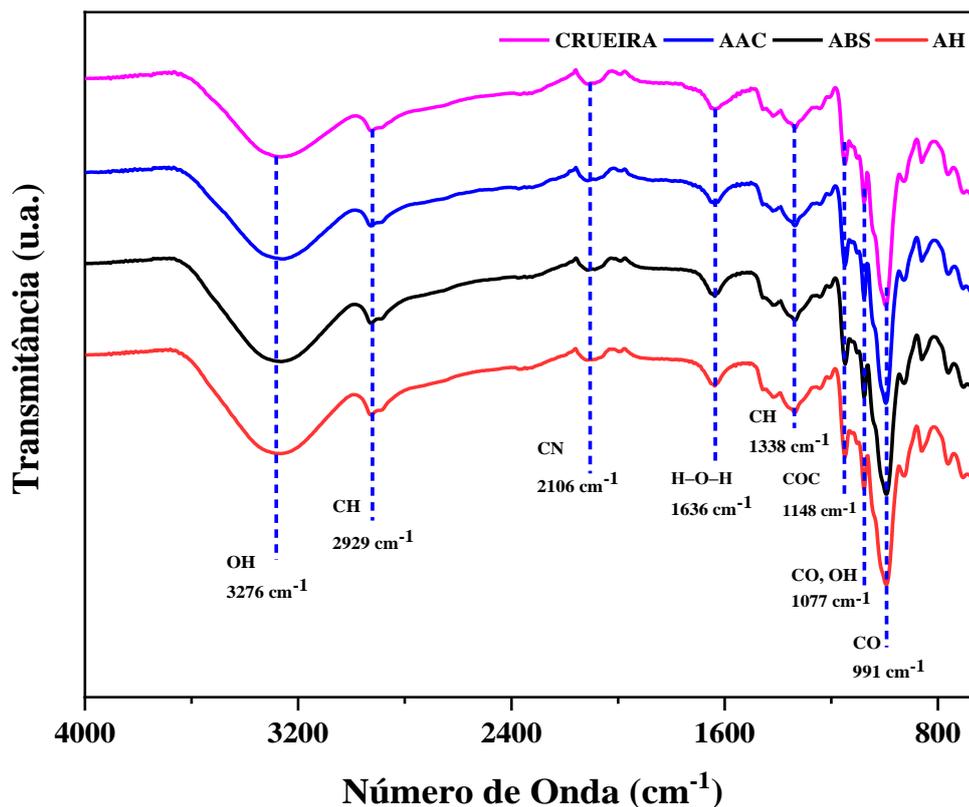
Parâmetros	AAC		ABS		AH	
	2θ	Largura	2θ	Largura	2θ	Largura
Pico 1	15,24	0,99	15,12	1,02	15,06	1,06
Pico 2	17,06	0,92	17,02	1,09	17,06	1,24
Pico 3	18,05	0,78	18,01	0,85	18,01	1,10
Pico 4	23,22	1,54	23,11	1,76	23,12	2,02

5.6 ESPECTROSCOPIA NO INFRAVERMELHA POR TRANSFORMADA DE FOURIER

Os espectros de FTIR obtidos para cada tipo de extração são apresentados na Figura 15. Os padrões espectrais das amostras não apresentaram diferenças significativas entre elas. Em

relação ao espectro de grânulos de amido, uma banda larga em 3500 e 3000 cm^{-1} no amido da crueira corresponde à absorção dos grupos hidroxilas de anéis de glicopirranose geralmente presentes nas moléculas de amido. As bandas de absorção máxima aproximada em 2929 cm^{-1} foram atribuídas ao grupo CH estas estão associadas a alterações no processo de retrogradação do amido (GARCÍA-ARMENTA *et al.*, 2021; LI *et al.*, 2021; OLIVEIRA *et al.*, 2021).

Figura 15 – Espectros de FTIR da crueira e dos amidos obtidos de cada tipo de extração.



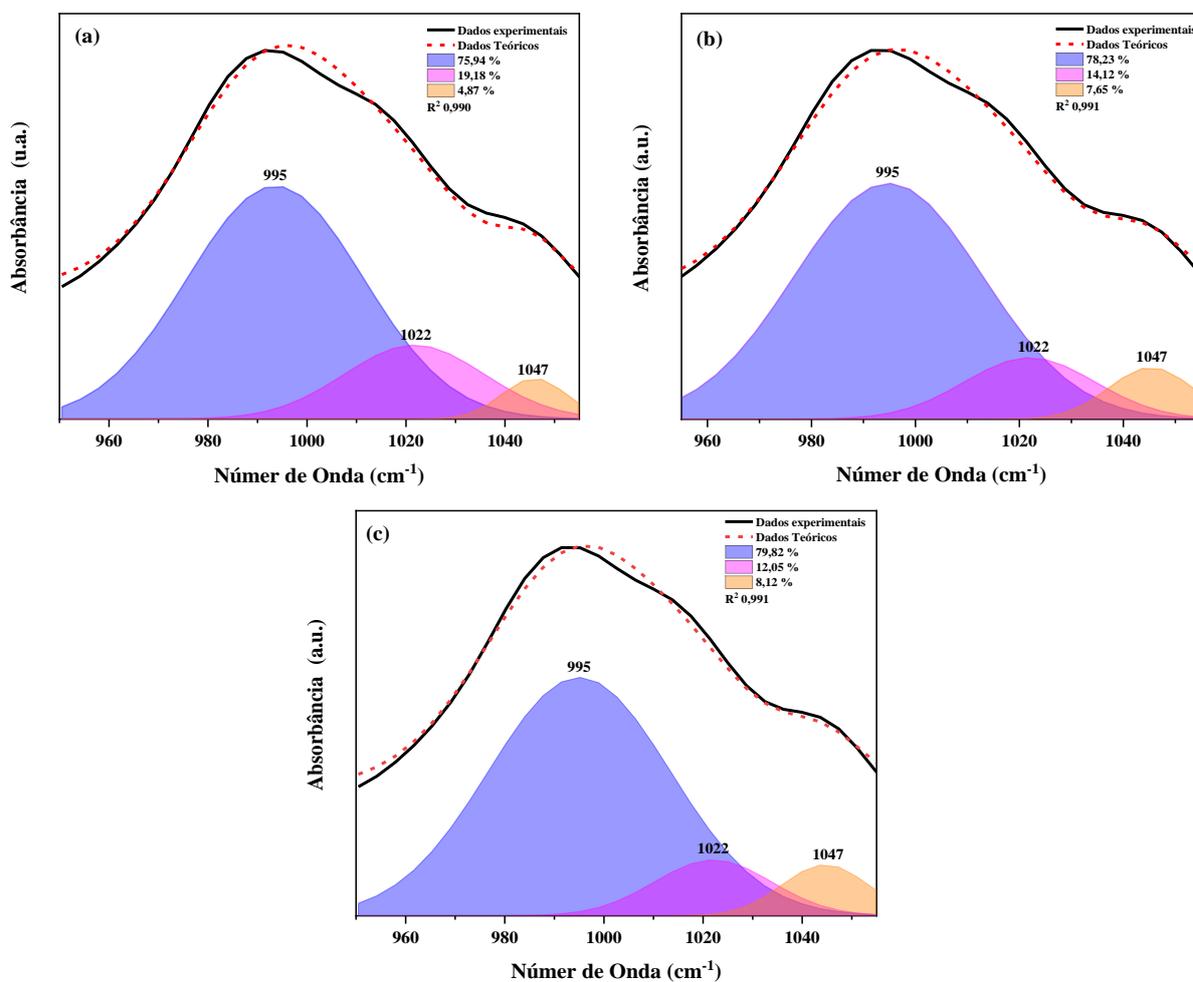
No pico de absorção em 2106 cm^{-1} foi detectada uma banda para três tipos de extração e pode estar relacionada às vibrações de estiramento do grupo -CN. A banda em 1636 cm^{-1} corresponde à água residual presente no polissacarídeo e podem ser atribuídos à flexão H-O-H, além disso estão envolvidas à presença de proteínas, associadas a amida I devido à vibração do alongamento do peptídeo. A região entre 1.700 a 1200 cm^{-1} refere-se a compostos menores no amido, como proteínas e lipídios (COSTA *et al.*, 2021; VELÁSQUEZ-BARRETO *et al.*, 2021).

No pico de absorção em 1338 cm^{-1} foi detectada uma banda, que estava relacionada à vibração de estiramento C-H (LIANG *et al.*, 2021). Os espectros de FTIR dos amidos obtidos foram semelhantes e não apresentaram muitas alterações, pois o resíduo já apresentava baixas quantidades dos componentes como lipídios e proteínas.

Os Picos na região de 1148 cm^{-1} e 1077 cm^{-1} estão relacionados à vibração de estiramento de C-O, O-H e C-C das ligações glicosídicas, características entre amilose e amilopectina. Os picos em torno de 991 cm^{-1} estão relacionados ao grupo carbonila (C-O) (DAR *et al.*, 2018; MONTEIRO *et al.*, 2016).

A espectroscopia FTIR correlaciona as bandas de absorvância em 1047 e 995 cm^{-1} com a quantidade de estrutura cristalina e a banda em 1022 cm^{-1} é característica da estrutura amorfa. Portanto, a razão das alturas das bandas cristalinas 1047 e 1022 cm^{-1} expressa a quantidade de amido ordenado para amido amorfo (VELÁSQUEZ-BARRETO *et al.*, 2019; ZHANG, P. *et al.*, 2019).

Figura 16 – Espectro de FTIR dos diferentes métodos de extração do amido da crueira. Mostrando deconvolução das bandas 1047 , 1022 e 995 cm^{-1} . Sendo (a) AAC; (b) ABS (c) AH.



A Figura 16 mostra a ampliação da região do espectro de FTIR das três diferentes extrações de amido da crueira. Para uma melhor análise das contribuições as bandas foram deconvoluídas usando a função Gaussiana. Os maiores valores para a razão de absorvância

1047/1022 cm^{-1} significam uma região cristalina maior do amido. Neste estudo, a proporção dos três amidos da crueira variou de $0,50 \pm 0,019$ - $0,54 \pm 0,016$ e foi maior no método AAC. O método AH apresentou menor proporção; isso significa que as regiões cristalinas de AH são menos ordenadas do que as regiões cristalinas de AAC e ABS (WARREN; GIDLEY; FLANAGAN, 2016). Valores semelhantes foram obtidos para amido de kiwicha que foi aproximadamente 0,59 e o para amido de arroz a razão variou de 0,548 a 0,592 (CAI *et al.*, 2015; KARWASRA; GILL; KAUR, 2017). Já para o amido de trigo indiana os valores da razão foram superiores e ficaram na faixa de 0,83–0,87 (VELÁSQUEZ-BARRETO *et al.*, 2021).

5.7 ANÁLISE TÉRMICA

As análises termogravimétricas dos amidos obtidos pelos três métodos de extração (AAC, AH, ABS) apresentaram decomposição semelhante à medida que a temperatura aumentou de 25 para 350 °C. Os dados dos eventos térmicos observados na Figura 17 estão expostos na Tabela 10.

Figura 17 – Curvas TG/DTG dos amidos da crueira de mandioca obtidos por três diferentes procedimentos de extração de amido.

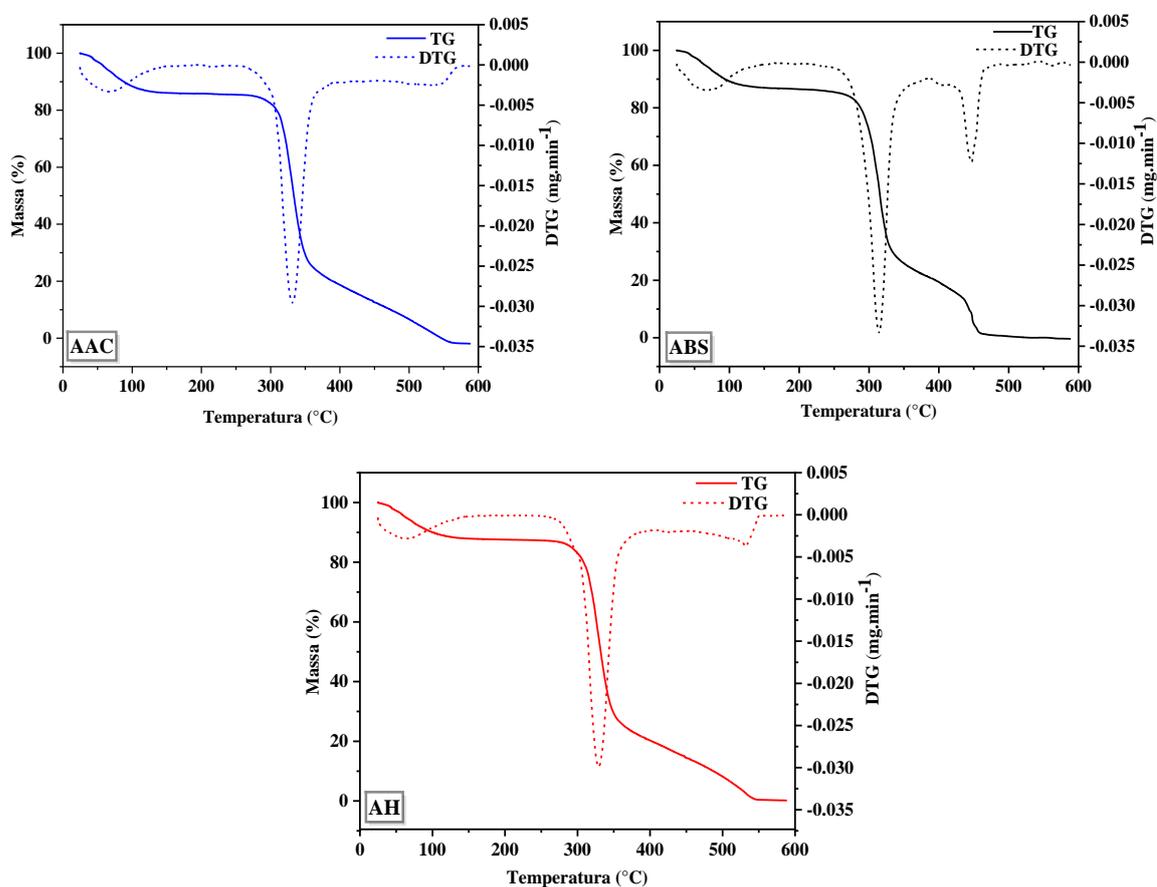


Tabela 10 – Dados das curvas TG/DTG dos amidos isolados da crueira.

Amostras	Resultados do TG		DTG	
	Fases	Δm (%)	ΔT (°C)	T_p °C
AH	1°	12,70	24,98 - 135,33	58,63
	Estabilidade	-	135,33 - 253,95	-
	2°	65,54	253,95 - 387,45	328,27
	3°	21,46	387,45 - 577,87	531,61
AAC	1°	14,57	25,00 - 134,50	62,96
	Estabilidade	-	134,50 - 259,04	-
	2°	67,03	259,04 - 402,95	331,70
	3°	20,25	402,95 - 586,81	543,66
ABS	1°	14,042	25,00 - 130,94	69,16
	Estabilidade	-	130,94 - 236,10	-
	2°	61,32	236,10 - 357,81	314,81
	3°	23,91	357,81 - 586,54	448,15

Δm - perda de massa (%); ΔT – variação da temperatura; T_p – temperatura de pico.

Os amidos obtidos pelos três métodos de isolamento apresentaram curvas termogravimétricas com perfil semelhante. Pode-se observar que ocorreram três eventos de perdas de massa. As três principais perdas são características dos homopolissacarídeos como o amido. O primeiro evento de perda foi na faixa de 25,00 – 135 °C associados a evaporação de água disponível no amido e a compostos que possuem baixo peso molecular, correspondendo em média a 14 % de perda de massa. O AH obteve a menor perda de água. Esses comportamentos podem ser explicados pela menor presença de água e pela presença de interações como o complexo amilose-lipídios estando de acordo com a composição centesimal exposta na Tabela 6.

Estudos comprovam que qualquer aumento na temperatura ocasiona perda de ligação de água do amido e oxidação de parte da matéria orgânica. Os picos de temperatura (T_p) observados no DTG representam perda máxima de água para os amidos obtidos (COSTA *et al.*, 2021; LI *et al.*, 2021; MERCI; MALI; CARVALHO, 2019; WIJAYA *et al.*, 2019).

Baixos valores de umidade aumentam a vida útil do produto e facilitam seu armazenamento, tornando os amidos da crueira interessantes a nível industrial (TUROLA BARBI *et al.*, 2018).

Antes da segunda redução de massa pode-se perceber uma estabilidade nos amidos. À medida que as amostras são expostas ao aquecimento suas propriedades permanecem praticamente inalteradas, esse evento é importante pois em muitas indústrias o amido é submetido a alterações de temperatura. O amido da crueira possui uma faixa de estabilidade inferior ao ser comparada com amidos de fontes não convencionais estudados por Costa *et al.* (2021).

Na segunda perda proteínas, lipídios, fibras, celulose e hemicelulose são decompostos, além de ocorrer despolimerização das cadeias carbônicas (BET *et al.*, 2019; PIRES *et al.*, 2021; WIJAYA *et al.*, 2019). O AAC resultou na maior perda de massa (67,03 °C) na faixa 259,04 - 402,95 °C ao ser comparadas com os outros amidos obtidos AH e ABS. Esses resultados estão associados a despolimerização da amilose e amilopectina que inicia a 300° C (COSTA *et al.*, 2021). Resultados semelhantes foram coletados para o amido *Limnophila aromatica* que teve a decomposição da celulose, hemicelulose e carboidrato até atingir a temperatura de 387 °C (WIJAYA *et al.*, 2019). Não há a possibilidade de determinar em qual temperatura cada componente se decompõe, pois podem ocorrer simultaneamente. A derivada do DTG mostra que a quebra do polissacarídeo acontece em uma única etapa. De acordo com estudos anteriormente realizados, a decomposição de fibras lignocelulósicas 200-530 °C, hemicelulose entre 240-310 °C e celulose entre 310-360 °C (BET *et al.*, 2019).

No terceiro evento ocorre a carbonização, ou seja, a formação dos resíduos minerais fixos de matéria orgânica e o término da decomposição de ácidos graxos e outros componentes provocados pela despolimerização (DI-MEDEIROS *et al.*, 2014). O resíduo remanescente acima de 380 °C apresentou 23,91 % de perda do peso total para o amido ABS, por outro lado, para os amidos AH e AAC a perda de resíduo, representou 21,46 e 20,25 do peso total, sendo considerado resíduo inorgânico presente nas amostras. Os amidos obtidos por AH e AAC apresentaram um pico de 531,61°C e 543,66 °C, respectivamente. Para a amostra ABS obteve-se uma temperatura de pico menor, o que remete a maior taxa de combustão do carvão ao decorrer do processo de oxidação tardia não é afetada pela taxa de aquecimento.

Ao final da decomposição ocorreu a liberação de CO e CO₂. Resultados semelhantes aos obtidos para o amido de semente de nêspera (COSTA *et al.*, 2021). Além disso, os dados coletados nessa faixa estão de acordo com os valores do teor de cinzas para os três amidos (Tabela 6).

Na indústria, os amidos são aquecidos a diferentes temperaturas, portanto a análise termogravimétrica é essencial para verificar o comportamento térmico dos amidos submetidos ao aquecimento. O uso do material é determinado a partir das propriedades que foram alteradas ou não. A fim de determinar a aplicação desses amidos como um aditivo e melhorador alimentício ou em produtos farmacêuticos.

6 CONCLUSÃO

Este estudo mostrou que as propriedades do amido de crueira são afetadas pelos métodos de extração ácido, alcalino e aquoso. Os resultados exibiram que a extração ácida e alcalina promoveram maiores mudanças na composição físico-química, reduzindo o teor de cinzas e lipídios. Para o método ABS obteve-se um maior rendimento como esperado, porém os três amidos proporcionaram um rendimento acima para fontes convencionais e não convencionais de amido. Em relação a cristalinidade, o AAC se mostrou mais cristalino em comparação com os métodos obtidos. O MEV exibiu grânulos de amido com formatos semelhantes de configuração esférica com truncamento arredondado, expondo ainda, grânulos grandes e pequenos, porém o método ABS revelou grânulos rachados, devido ao método de maceração utilizado. Já o método AAC e AH apresentaram superfícies lisas com pequenas impurezas pontuais em sua superfície e aglomeradas.

A partir do FTIR foi possível observar que não houve alterações dos grupos funcionais existentes na crueira e para os amidos isolados. Além disso, a razão de absorbância $1047/1022\text{cm}^{-1}$ obtida através do FTIR mostrou que os três amidos eram compostos por uma região de maior cristalinidade.

O DRX evidenciou que a estrutura e cristalinidade de todos os três amidos era padrão do tipo A. A maior cristalinidade obtida foi para o AAC, estando de acordo com os resultados obtidos para o teor de amilose. A cor dos amidos também foi afetada pelo método de isolamento utilizado, o ABS apresentou uma maior luminosidade devido ao uso do bissulfito de sódio, porém todos os três processos obtiveram luminosidade acima de 80. As curvas termogravimétricas dos amidos obtidos pelos três métodos de isolamento exibiram um perfil semelhante. Diferindo apenas para o ABS que apresentou uma temperatura de pico menor no terceiro evento.

Desta forma, o estudo dos métodos de obtenção proporcionou mudanças interessantes na composição do amido, evidenciando a importância de estudar os processos de isolamento para cada fonte. O método AH apesar de ser um processo mais ambientalmente correto não promoveu muitas mudanças no material, porém obteve maior teor de amilose podendo ser indicado para a produção de filmes e na fabricação de salgadinhos. O AAC também apresentou agregados pontuais em sua superfície, mas com maior pureza. A utilização do ácido na extração propõe melhorias nas propriedades do amido conferindo-lhes características potenciais para serem utilizados em produtos alimentícios como gomas e geleias.

Para determinar a aplicação direta do amido da crueira faz-se necessário o desenvolvimento de trabalhos futuros. Contudo, o amido por ser um importante polissacarídeo vegetal e que pode ser obtido por fontes disponíveis na natureza e apresentar baixo custo de produção possuem aplicação na indústria alimentícia, farmacêutica, biomédica, polímeros e têxteis.

7 TRABALHOS FUTUROS

- ✓ Realizar a análise de proteínas;
- ✓ Estabilidade de congelamento-descongelamento;
- ✓ Caracterizá-lo quanto aos parâmetros reológicos e funcionais;
- ✓ Verificar o potencial de aplicação do amido de crueira na produção de embalagens tipo espuma e em filmes biodegradáveis e comestíveis;
- ✓ Investigar os amidos extraídos como potenciais fontes de encapsulamento de ativos.

8 REFERÊNCIAS

- ABASS, A. *et al.* **Potential for commercial production and marketing of cassava: Experiences from the small-scale cassava processing project in East and Southern Africa.** [S. l.: s. n.], 2013.
- ABEGUNDE, O. K. *et al.* Physicochemical characterization of sweet potato starches popularly used in Chinese starch industry. **Food Hydrocolloids**, [s. l.], v. 33, n. 2, p. 169–177, 2013. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2013.03.005>
- AGAMA-ACEVEDO, E. *et al.* Starch digestibility and glycemic index of cookies partially substituted with unripe banana flour. **LWT-Food Science and Technology**, v. 46, n. 1, p. 177–182, apr., 2012.
- AI, Y.; JANE, J. I. Starch: Structure, Property, and Determination. *In*: **ENCYCLOPEDIA OF FOOD AND HEALTH**. [S. l.]: Elsevier, 2016. p. 165–174. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-384947-2.00657-7>
- ALCÁZAR-ALAY, S. C.; MEIRELES, M. A. A. Physicochemical properties, modifications and applications of starches from different botanical sources. **Food Science and Technology**, [s. l.], v. 35, n. 2, p. 215–236, 2015. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/1678-457X.6749>
- ANVISA - Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Regulamento técnico para produtos de cereais, amidos, farinhas e farelos - RDC 263**, 2005.
- ANVISA - Agência Nacional de Vigilância Sanitária. **Resolução CNNPA nº 12**. p 21-24, 1978
- AOAC - Association of Official Analytical Chemists. **Official Methods of Analysis of AOAC International**. Maryland: AOAC, 2005.
- APRILE, F. M.; PARENTE, A. H.; BOUVY, M. Análise dos Resíduos Industriais do Processamento da Farinha de Mandioca na Bacia do Rio Tapacurá (Pernambuco – Brasil). **Bioikos**, São Paulo, v. 30, n. 2, p. 63-69, mar. 2004.
- ARAÚJO, N. C. de *et al.* Quantificação da geração de resíduos em uma casa de farinha no Estado da Paraíba. **Revista Monografias Ambientais**, [s. l.], v. 13, n. 5, p. 3793–3799, 2014. Disponível em: <https://doi.org/10.5902/2236130814984>
- AWOL, A. M. *et al.* Characterizing Physicochemical Properties of Enset Starch. **Journal of Textiles and Polymers**, [s. l.], v. 8, n. 1, p. 43, 2020.
- BARBOSA, J. V. *et al.* Effect of peroxide oxidation on the expansion of potato starch foam. **Industrial Crops and Products**, [s. l.], v. 137, n. May, p. 428–435, 2019.
- BASTOS, C. R. **Compostable Packaging: a Strategy For Reducing Environmental Impact**. 2015. 93 p. Dissertação (Mestrado em Meteorologia) – Pontifícia Universidade Católica, Rio de Janeiro, 2014
- BELHADI, B. *et al.* Three small-scale laboratory steeping and wet-milling procedures for

isolation of starch from sorghum grains cultivated in Sahara of Algeria. **Food and Bioproducts Processing**, [s. l.], v. 91, n. 3, p. 225–232, 2013. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.fbp.2012.09.008>

BENTO, J. A. C. Extraction, characterization and technological properties of white garland-lily starch. **International journal of biological macromolecules** v. 135, n. 2, p. 422–428, may, 2019.

BERTOLINI, A. C. **Starches: characterization, properties and applications**. 1. st. Boca Raton: Taylor & Francis Group, 2010.

BET, C. D. *et al.* Aqueous extraction of organic amaranth starch and their by-products. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, [s. l.], v. 138, n. 4, p. 2733–2749, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s10973-019-08374-7>

BILIADERIS, C. G. The structure and interactions of starch with food constituents. **Canadian Journal of Physiology and Pharmacology**, [s. l.], v. 69, n. 1, p. 60–78, jan. 1991. DOI 10.1139/y91-011. Disponível em: <https://doi.org/10.1139/y91-011>. Acesso em 15 jun. 2021.

BREUNINGER, W. F.; PIYACHOMKWAN, K.; SRIROTH, K. **Tapioca/cassava starch: production and use**. In *Starch*, 3. rd.; Elsevier: Amsterdam, The Netherlands, p. 541–568, 2009.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº 52, de 7 de novembro de 2011. Aprova o Regulamento Técnico da Farinha de Mandioca. Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil, Brasília, DF, 08 nov. 2011.

BRITO, J. H. **Produção e Caracterização Estrutural, Morfológica e Térmica de Filmes Biodegradáveis Utilizando Amido de Caroço de Abacate (Persea Americana Mill) E Bagaço De Mandioca (Manihot Esculenta Crantz)**. 2019. 100 p. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) – Faculdade de Ciência e Tecnologia de Alimentos, Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2019.

CAI, J. *et al.* Relationship between structure and functional properties of normal rice starches with different amylose contents. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 125, p. 35–44, 2015. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2015.02.067>

CARR, L. G. **Desenvolvimento de embalagem biodegradável tipo espuma a partir de fécula de mandioca**. 2007. 107 p. Tese (Doutorado em Engenharia química) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo. São Paulo, 2007.

CEREDA, M. P. Caracterização dos resíduos da industrialização da mandioca. São Paulo: Paulicéia, 1994

CEREDA, M. P. *et al.* Biotecnologia industrial. In: **Modificação de fécula por fermentação**. São Paulo: Edgard Blücher. 2001. p. 413–460, 2001.

CHAI, Y.; WANG, M.; ZHANG, G. Interaction between amylose and Tea Polyphenols modulates the Postprandial Glycemic Response to High amylose maize starch. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 61, p. 8608–8615, sep, 2013.

CHANDRA, R. A. I. *et al.* Optimization of Starch from Indonesian Local Corn with Concentration Variation of Sodium Metabisulfite and Drying Time. **International Journal of Chemical Engineering and Applications**, [s. l.], v. 7, n. 2, p. 89–95, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.7763/IJCEA.2016.V7.549>

CHEETHAM, N. W. H.; TAO, L. Variation in crystalline type with amylose content in maize starch granules: An X-ray powder diffraction study. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 36, n. 4, p. 277–284, 1998. Disponível em: [https://doi.org/10.1016/S0144-8617\(98\)00007-1](https://doi.org/10.1016/S0144-8617(98)00007-1)

CHISENGA, S. M. *et al.* Progress in research and applications of cassava flour and starch: a review. **Journal of Food Science and Technology**, [s. l.], v. 56, n. 6, p. 2799–2813, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s13197-019-03814-6>

CHISTÉ, R. C. E.; OLIVEIRA, K. C. C. Efeito do Processo de Fabricação da Farinha de Mandioca. **Embrapa Amazônia Oriental. Documentos**, Belém, p. 75, 2006.

CLIFTON, P.; KEOGH, J. Starch. *In*: **ENCYCLOPEDIA OF FOOD AND HEALTH**. [S. l.]: Elsevier, 2016. p. 146–151. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-384947-2.00661-9>

COÊLHO, J. D. Produção de mandioca – raiz, farinha e fécula. **Caderno Setorial ETENE - Banco do Nordeste**, [s. l.], v. 44, n. 3, p. 1–11, 2018.

CONAB - Companhia Nacional de Abastecimento. **Mandioca – Análise Mensal – maio 2021**. Disponível em: <https://www.conab.gov.br/info-agro/analises-do-mercado-agropecuario-e-extrativista/analises-do-mercado/historico-mensal-de-mandioca/item/15896-mandioca-analise-mensal-maio-2021>. Acesso em 17 de jun. 2021

CONTO, L. C. **Extração, caracterização e modificação química por oxidação de amido de pinhão (*Araucaria angustifolia*)**. 2009. 132 p. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Alimentos) - Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2009.

CORREIA, P. R.; BEIRÉ-DA-COSTA, M. L. Starch isolation from chestnut and acorn flours through alkaline and enzymatic methods, **Food and bioproducts processing**, v. 90, n. 2 p. 309-316, apr, 2012.

COSTA, B. P. *et al.* Thermal, structural, morphological and bioactive characterization of acid and neutral modified loquat (*Eriobotrya japonica* Lindl.) seed starch and its by-products. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, [s. l.], 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s10973-021-10965-2>

COURSEY, D. G.; HALLIDAY, D. Cassava as animal feed. **Outlook on Agriculture**, v. 8, n. 1, p.10-14, apr, 1974.

COZZOLINO, D., S. ROUMELIOTIS; EGLINTON, J. Relationships between starch pasting properties, free fatty acids and amylose content in barley. **Food Research International**, v. 51, n. 2, p. 444–449, nov, 2013.

DA COSTA PINTO, C. *et al.* X-ray diffraction and Rietveld characterization of radiation-induced physicochemical changes in Ariá (*Goeppertia allouia*) C-type starch. **Food Hydrocolloids**, [s. l.], v. 117, n. December 2020, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2021.106682>

DAMODARAN, S.; PARKIN, K. L.; FENNEMA, O. R. **Fennema's Food Chemistry**. 4a. ed. London, New York: CRC Press/Taylor & Francis Group, 2008.

DAR, M. Z. *et al.* Modification of structure and physicochemical properties of buckwheat and oat starch by γ -irradiation. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 108, p. 1348–1356, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.11.067>

DA SILVA, L. R. *et al.* Extraction and characterization of starches from pigmented rice. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 156, p. 485–493, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2020.04.034>

DENARDIN, C. C.; DA SILVA, L. P. Estrutura dos grânulos de amido e sua relação com propriedades físico-químicas. **Ciência Rural**. v. 39, n. 3, p. 945-954, mai/june, 2009

DEREJE, B. Composition, morphology and physicochemical properties of starches derived from indigenous Ethiopian tuber crops: A review. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 187, n. July, p. 911–921, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2021.07.188>

DÍAZ, A. *et al.* Starch extraction process coupled to protein recovery from leguminous tuberous roots (*Pachyrhizus ahipa*). **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 152, p. 231–240, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2016.07.004>

DÍAZ, A. *et al.* Technological properties of sour cassava starches: Effect of fermentation and drying processes. **Lebensmittel-Wissenschaft + Technologie**, v. 93, n. 8, p. 116-123, July, 2018

DI-MEDEIROS, M. C. B. *et al.* Rheological and biochemical properties of *Solanum lycocarpum* starch. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 104, n. 1, p. 66–72, 2014. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2014.01.023>

DIYANA, Z. N. *et al.* Physical properties of thermoplastic starch derived from natural resources and its blends: A review. **Polymers**, [s. l.], v. 13, n. 9, p. 5–20, 2021.

DOME, K. *et al.* Changes in the crystallinity degree of starch having different types of crystal structure after mechanical pretreatment. **Polymers**, [s. l.], v. 12, n. 3, p. 1–12, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/polym12030641>

ESTRADA-LEÓN, R. J. *et al.* The effect of isolation method on properties of parota (*Enterolobium cyclocarpum*) starch. **Food Hydrocolloids**, [s. l.], v. 57, p. 1–9, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2016.01.008>

ENGEL, J. B.; LUCHESE, C. L.; TESSARO, I. C. How are the properties of biocomposite foams influenced by the substitution of cassava starch for its residual sources? **Food Hydrocolloids**, [s. l.], v. 118, n. Sep, 2021.

FAN, Y.; PICCHIONI, F. Modification of starch: A review on the application of “green” solvents and controlled functionalization. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 241, n. 1, apr, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2020.116350> Acesso em 17 de jun. 2021.

FRANCO, C. M. L. *et al.* Metodologia de análise se amido. *In: Propriedades gerais do amido.* São Paulo: Fundação Cargill, 2002. p.184-203.

FUENTES, C. *et al.* Characterization of molecular properties of wheat starch from three different types of breads using asymmetric flow field-flow fractionation (AF4). **Food Chemistry**, [s. l.], v. 298, n. apr, 2019.

FUKUDA, W. M. G.; IGLESIAS, C.; SILVA, S. O. Melhoramento de Mandioca. Cruz das Almas. **Embrapa Mandioca e Fruticultura**. p. 53, 2006.

GAMA, T. D. S. S.; ARAÚJO LUCAS, F. C.; GONÇALVES MACEDO, E. Morphology of starch grains of cassava cultivars (*Manihot esculenta* Crantz, Euphorbiaceae) – Pará, Brazil. **Acta Biológica Catarinense**, [s. l.], v. 2, n. 1, p. 5–11, 2015. Disponível em: <https://doi.org/10.21726/abc.v2i1.194>

GARCÍA-ARMENTA, E. *et al.* Preparation of surfactant-free emulsions using amaranth starch modified by reactive extrusion. **Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects**, [s. l.], v. 608, n. August 2020, p. 125550, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2020.125550>

GONÇALVES, E. C. B. de A. **Análise de Alimentos: uma visão química da nutrição**. 2ed. São Paulo: Varela, 2010. 274 p.

HALSEY, M. E. *et al.* Reproductive Biology of Cassava (*Manihot esculenta* Crantz) and Isolation of Experimental Field Trials. **Crop Science**, v. 48, p. 49-58, feb, 2008.

HOOVER, R. Compositions, molecular structure, and physiochemical properties of tuber and root starches: A review. **Carbohydrate Polymers**, v. 45, n. 3, p. 253–267, july, 2001.

HU, P. *et al.* Effects of surface proteins and lipids on molecular structure, thermal properties, and enzymatic hydrolysis of rice starch. **Food Science and Technology**, [s. l.], v. 38, n. 1, p. 84–90, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/1678-457x.35016>

HÜTTNER KRINGEL, D. *et al.* Methods for the Extraction of Roots, Tubers, Pulses, Pseudocereals, and Other Unconventional Starches Sources: A Review. [s. l.], 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1002/star.201900234>. Acesso em: 13 jan. 2022.

IAL - Instituto Adolfo Lutz. Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz. **Métodos Químicos e Físicos para Análise de Alimentos**. São Paulo: IAL, 2008. p. 1020.

JAYAKODY, L.; HOOVER, R. The effect of lintnerization on cereal starch granules. **Food Research International**, v.7, n. 35, p. 665-680, june, 2002.

JI, Y.; SEETHARAMAN, K.; WHITE, P. J. Optimizing a Small-Scale Corn-Starch Extraction Method for Use in the Laboratory. **Cereal Chemistry**, [s. l.], v. 81, n. 1, p. 55–58, jan, 2004.

JIMÉNEZ, A. *et al.* Edible and Biodegradable Starch Films: A Review. **Food and Bioprocess Technology**, v. 5, n. 6, p. 2058–2076, ago, 2012.

JOHN, J. K. Properties of arrowroot starch treated with aqueous HCl at ambient temperature. **Journal of Food Science**, v. 67, p. 10-14, 2002.

JYOTHI, A. N. *et al.* Wet storage of cassava starch: Use of sodium metabisulphite and acetic acid and the effect on starch properties. **Starch–Stärke**. v. 59, n. 3-4, p. 141-148, mar, 2007.

KARWASRA, B. L.; GILL, B. S.; KAUR, M. Rheological and structural properties of starches from different Indian wheat cultivars and their relationships. **International Journal of Food Properties**, [s. l.], v. 20, n. 1, p. S1093–S1106, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1080/10942912.2017.1328439>

KAUR, K., AHLUWALIA, P.; SINGH, H. Cassava: extraction of starch and utilization of flour in bakery products. **International Journal of Food and Fermentation Technology**, v. 6, n. 2, p. 351–355, dec, 2016.

KAYODE, B. I. *et al.* Morphology and physicochemical properties of starch isolated from frozen cassava root. **LWT**, [s. l.], v. 147, n. January, p. 111546, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2021.111546>

KHAN, B. *et al.* Thermoplastic starch: A possible biodegradable food packaging material: A review. **Journal of Food Process Engineering**, v. 40, n. 3, p. 12-447, july, 2016.

KOBLITZ, M. G. B. **Matérias-primas alimentícias: composição e controle de qualidade**. 1. ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 2011. 314 p.

LANARA. **Métodos analíticos oficiais para controle de produtos de origem animal e seus ingredientes – II métodos físicos e químicos**. LANARA – Laboratório Nacional de Referência Animal, Ministério da Agricultura – Secretaria de Defesa Agropecuária, Portaria 001/81 de 07/10/1981.

LEONEL, M. O. **Farelo, Subproduto da Extração de Fécula de Mandioca**. In: CEREDA, M.P. Manejo, Uso e Tratamento de Subprodutos da Industrialização da Mandioca. v. 4, Fundação Cargill, São Paulo, 2001, p.211-216

LIANG, R. *et al.* Assessment of the thermal hazards and oxidization mechanism of coloured corn starch dust by TG–FTIR. **Journal of Loss Prevention in the Process Industries**, [s. l.], v. 69, n. December 2020, p. 104380, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jlp.2020.104380>

LI, J. *et al.* Extraction and characterization of starch from Yard-long bean (*Vigna unguiculata* (L.) Walp. ssp. *unguiculata* cv.-gr. *sesquipedalis*). **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 181, p. 1023–1029, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2021.04.127>

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**, [s. l.], v. 56, n. 34, p. 89–99, 2004. Disponível em: <https://doi.org/10.1002/star.200300218>

LIPORACCI, J. S. N.; MALI, S.; GROSSMANN, M. V. E. Efeito do método de extração na composição química e nas propriedades funcionais do amido de inhame (*Dioscorea alata*). **Semina: Ciências Agrárias**, [s. l.], v. 26, n. 3, p. 345, 2005. Disponível em: <https://doi.org/10.5433/1679-0359.2005v26n3p345>

LI, Z.; WEI, C. Morphology, structure, properties and applications of starch ghost: A review. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 163, p. 2084–2096, nov, 2020.

LLOYD, J. R.; KOSSMANN, J. Starch trek: The search for yield. **Frontiers in Plant Science**, [s. l.], v. 9, p. 1–8, jan, 2019.

LOPES FILHO, J. F.; RAMOS, A. P.; ROMERO, J. T. Difusividades da água, dióxido de enxofre e ácido láctico em grãos de milho durante a maceração para o processo de moagem úmida. **Brazilian Journal of Food Technology**, v.9, n.4, p. 257-263, 2006.

LOPEZ-DIAGO, L. F. *et al.* Evaluation of the production of starch from bitter cassava (*Manihot utilissima*) using different methodologies. **Chemical Engineering Transactions**. v. 65, p. 613–618, june, 2018.

MA, X.; JIAN, R.; CHANG, P. R.; YU, J. Fabrication and characterization of citric acid-modified starch nanoparticles/plasticized-starch composites. **Biomacromolecules**, v. 9, n. 11, p. 3314–3320, 2008.

MADRIGAL, L.; SANDOVAL, A. J.; MÜLLER, A. J. Effects of corn oil on glass transition temperatures of cassava starch. **Carbohydrate Polymers**, v. 85, n. 4, p. 875–884, july, 2011.

MAJZOBI, M.; FARAHNAKY, A. Granular cold-water swelling starch; properties, preparation and applications, a review. **Food Hydrocolloids**, [s. l.], v. 111, feb, 2021.

MAKROO, H. A. *et al.* Recovery and characteristics of starches from unconventional sources and their potential applications: A review. **Applied Food Research**, [s. l.], v. 1, n. 1, p. 100001, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.afres.2021.100001>

MALI, S.; GROSSMANN, M. V. E.; YAMASHITA, F. Filmes de amido: Produção, propriedades e potencial de utilização. **Semina Ciências Agrárias**, v. 31, n. 1, p. 137–156, abr, 2010.

MANIGLIA, B. C. *et al.* Bioactive films based on babassu mesocarp flour and starch. **Food Hydrocolloids**, [s. l.], v. 70, p. 383–391, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2017.04.022>

MANIGLIA, B. C.; TAPIA-BLÁCIDO, D. R. Isolation and characterization of starch from babassu mesocarp. **Food Hydrocolloids**, [s. l.], v. 55, p. 47–55, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2015.11.001>

MARCON, M. J. A.; AVANCINI, S. R. P.; AMANTE, E. R. **Propriedades químicas e tecnológicas do amido de mandioca e do polvilho azedo**. 1. ed. Florianópolis: [s. n.], 2007.

E-book.

MARCON, M. J. A. *et al.* Expansion properties of sour cassava starch (polvilho azedo): variables related to its practical application in bakery. **Starch/Stärke**, [s. l.], v. 61, n. 2, p. 716-726, dez. 2009.

MARTÍNEZ, C. Evaluación de la calidad culinaria y molinera del arroz - César Martínez - Google Libros. **Septiembre**, [s. l.], 1989. Disponível em: https://books.google.com.pe/books?hl=es&lr=&id=wC9yMXQwAbwC&oi=fnd&pg=PA2&dq=muestra+de+arroz+extra+y+superior+sin+buena+calidad&ots=3mw4kA_CJC&sig=lgURo mzelObgF4WM6nWS3RLDgjs#v=onepage&q&f=false

MBOUGUENG, P. D. *et al.* Influence of acetylation on physicochemical, functional and thermal properties of potato and cassava starches. **Journal of Food Engineering**, [s. l.], v. 108, n. 2, p. 320–326, 2012. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2011.08.006>

MERCI, A.; MALI, S.; CARVALHO, G. M. de. Waxy maize, corn and cassava starch: Thermal degradation kinetics. **Semina: Ciências Exatas e Tecnológicas**, [s. l.], v. 40, n. 1, p. 13, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.5433/1679-0375.2019v40n1p13>

MONTEIRO, S. *et al.* Low density wood-based particleboards bonded with foamable sour cassava starch: Preliminary studies. **Polymers**, [s. l.], v. 8, n. 10, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/polym8100354>

MOORTHY, S. N.; SAJEEV, M. S.; ANISH, R. J. **Functionality of Tuber Starches**. [S. l.]: Elsevier Ltd, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100868-3.00011-1>

MORRISON, W. . Starch lipids and how they relate to starch granule structure and functionality. **Cereal Foods World**, [s. l.], v. 40, p. 437–446, 1995.

MUBANGA CHISENGA, S. Primary Quality Control Parameters of Cassava Raw Materials. *In: CASSAVA - BIOLOGY, PRODUCTION, AND USE*. [S. l.]: IntechOpen, 2021. v. 32, p. 137–144. Disponível em: <https://doi.org/10.5772/intechopen.97879>

MUCCILLO, R. C. S. T. **Caracterização e avaliação de amido nativo e modificado de pinhão mediante provas funcionais e térmicas**. 2009. 156 p. Tese (Doutorado em Engenharia) – Departamento de Engenharia Química, Universidade Federal do Rio grande do Sul, Rio Grande do Sul, 2009.

MUFARI, J. R.; MIRANDA-VILLA, P. P.; CALANDRI, E. L. Quinoa germ and starch separation by wet milling, performance and characterization of the fractions. **Lwt**, [s. l.], v. 96, p. 527–534, apr, 2018.

NARA, B. S.; KOMIYA, T. Studies on the Relationship Between Water-saturated State and Crystallinity by the Diffraction Method for Moistened Potato Starch. **Starch/Stärke**, [s. l.], v. 35, n. 12, p. 407–410, 1983. Disponível em: [https://doi.org/0038-9056/83/1212-0407\\$02.50/0](https://doi.org/0038-9056/83/1212-0407$02.50/0)

NATIONS, O. and F. and A. O. of the U. **OECD-FAO Agricultural Outlook 2021-2030**. [S. l.]: OECD, 2021. (OECD-FAO Agricultural Outlook). Disponível em: <https://doi.org/10.1787/19428846-en>

NEVES, V. J. M.; BROETTO, F.; MARCHESE, J. A. APROVEITAMENTO DO RESÍDUO DA PRODUÇÃO DE FARINHA DE MANDIOCA NA PRODUÇÃO DE ÁLCOOL FINO. **Raízes e Amidos Tropicais**, [s. l.], v. 4, p. 14–21, 2008.

NUNES, L. B.; JESUS, W. Rendimento de extração e caracterização química e funcional de féculas de mandioca de região do semi-árido baiano. **Alimentos e Nutrição Araraquara**, [s. l.], v. 20, n. 1, p. 129–134, 2009.

OLATUNDE, G. O.; AROGUNDADE, L. K.; ORIJA, O. I. Chemical, functional and pasting properties of banana and plantain starches modified by pre-gelatinization, oxidation and acetylation. **Cogent Food & Agriculture**, [s. l.], v. 3, n. 1, p. 1283079, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1080/23311932.2017.1283079>

OLIVEIRA, A. R. *et al.* Isolation and characterization of yam (*Dioscorea alata* L.) starch from Brazil. **LWT**, [s. l.], v. 149, n. May, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2021.111843>

OMOREGIE EGHAREVBA, H. Chemical Properties of Starch and Its Application in the Food Industry. *In*: CHEMICAL PROPERTIES OF STARCH. [S. l.]: IntechOpen, 2020. v. 32, p. 137–144. Disponível em: <https://doi.org/10.5772/intechopen.87777>

O'NEILL, E. C.; FIELD, R. A. Underpinning starch biology with in vitro studies on carbohydrate-active enzymes and biosynthetic glycomaterials. **Frontiers in Bioengineering and Biotechnology**, [s. l.], v. 3, sep, 2015.

OYEYINKA, S. A.; OYEYINKA, A. T. A review on isolation, composition, physicochemical properties and modification of Bambara groundnut starch. **Food Hydrocolloids**, [s. l.], v. 75, p. 62–71, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2017.09.012>

PALACIOS-FONSECA, A. J. *et al.* Effect of the alkaline and acid treatments on the physicochemical properties of corn starch. **CyTA - Journal of Food**, [s. l.], v. 11, n. sup1, p. 67–74, 2013. Disponível em: <https://doi.org/10.1080/19476337.2012.761651>

PARKER, R.; RING, S. G. Aspects of the physical chemistry of starch. **Journal of Cereal Science**, v. 34, n. 1, p. 1–17, july, 2001.

PASCOAL, A. M. *et al.* Extraction and chemical characterization of starch from *S. lycocarpum* fruits. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 98, n. 2, p. 1304–1310, 2013. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.08.009>

PEIXOTO, R. R.; WARNER, R. G. Avaliação da farinha de mandioca como componente de rações para terneiros leiteiros e desajeitamento precoce. **Revista Brasileira de Mandioca**, v. 12, p. 39-47, 1993.

PENG, G *et al.* Modeling of water sorption isotherm for corn starch. **Journal of Food Engineering**. v. 80, n. 2, p. 562-567, may, 2007.

PÉREZ, 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. chap. 5, p. 149-192.

PIRES, M. B. *et al.* Impact of extraction methods and genotypes on the properties of starch from peach palm (*Bactris gasipaes* Kunth) fruits. **LWT**, [s. l.], v. 150, n. November 2020, p. 111983, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2021.111983>

POPOV, D. *et al.* Crystal structure of A-amylose: A revisit from synchrotron microdiffraction analysis of single crystals. **Macromolecules**, [s. l.], v. 42, n. 4, p. 1167–1174, 2009. Disponível em: <https://doi.org/10.1021/ma801789j>

PRZETACZEK-ROŻNOWSKA, I. Physicochemical properties of starches isolated from pumpkin compared with potato and corn starches. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 101, p. 536–542, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2017.03.092>

QIN, Y. *et al.* Characterization of starch nanoparticles prepared by nanoprecipitation: Influence of amylose content and starch type. **Industrial Crops & Products**, v. 87, p. 182–190, sep, 2016.

QUIROGA, A. L. B. Amidos. **Food ingredients Brasil**, [s. l.], v. n. 35, p. 31–56, 2015.

RAGAGNIN, A. L. S. L. **Conservação Pós-Colheita de Cultivares de Mandioca sob Refrigeração**. 2021. 34 p. Dissertação (Mestrado em Agronomia – Produção Vegetal). Universidade Federal de Goiás, Jataí, 2021.

RAHAYU, N. S. *et al.* Fruit identification and effect of starch isolation methods on color attributes of Cilacap bread fruit's starch. **IOP Conference Series: Materials Science and Engineering**, [s. l.], v. 633, n. 1, p. 012037, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1088/1757-899X/633/1/012037>

RAMÍREZ, M. G. L. **Desenvolvimento de biocompósitos de amido termoplástico reforçados por fibra de coco verde**. 2011. 168 p. Tese (Doutorado em Engenharia Florestal) – Setor de Ciências Agrárias, Universidade Federal do Paraná, Curitiba., 2011. Disponível em: <https://bityli.com/5RRPK>. Acesso em 06 jun. 2021.

REN, G. yue *et al.* Morphological properties and thermoanalysis of micronized cassava starch. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 79, n. 1, p. 101–105, 2010. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2009.07.031>

RONKO, L. Z.; TRAVALINI, A. P.; DEMIATE, I. M. Amido e bagaço de mandioca (*Manihot esculenta* C.): obtenção e caracterização de diferentes variedades. **Revista Brasileira de Tecnologia Agroindustrial**, [s. l.], v. 14, n. 1, p. 2962–2982, jan/june, 2020.

ROCHA *et al.* Crueira: resíduo agroindustrial sólido rico em amido. **Scientia Plena**, [s. l.], v. 12, n. 5, p. 10–14, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.14808/sci.plena.2016.054209>

ROCHA, T. de S.; CARNEIRO, A. P. de A.; FRANCO, C. M. L. Effect of enzymatic hydrolysis on some physicochemical properties of root and tuber granular starches. **Ciencia e Tecnologia**

de Alimentos, [s. l.], v. 30, n. 2, p. 544–551, 2010. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/S0101-20612010000200039>

SANTOS, T. B. **Caracterização Físico-Química e Morfológica de Amidos do Tipo Ceroso de Genótipos Selecionados de Mandioca (*Manihot esculenta* Crantz)**. 2018. 60 p. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) – Instituto de Tecnologia, Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro, 2018.

SALGADO-ORDOSGOITIA, R. D. *et al.* Characterization of the techno-functional properties of starch from Purple yam (*Dioscorea alata*), Hawthorn yam (*Dioscorea rotundata*) and Diamante 22-type yam. **DYNA**, [s. l.], v. 85, n. 207, p. 143–152, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.15446/dyna.v85n207.72869>

SANTOS, T. P. R.; **Efeitos de modificações físicas sobre as propriedades de amido de tuberosas**. 2016. 130f. Tese (Doutorado em Agronomia/Energia na Agricultura) - Faculdade de Ciências Agrônômicas, Universidade Estadual Paulista, Botucatu, 2016.

SEUNG, D. Amylose in starch: towards an understanding of biosynthesis, structure and function. **New Phytologist**, [s. l.], v. 228, n. 5, p. 1490–1504, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1111/nph.16858>

SHOWKAT, Q. A. *et al.* Bioactive components, physicochemical and starch characteristics of different parts of lotus (*Nelumbo nucifera* Gaertn.) plant: a review. **International Journal of Food Science & Technology**, [s. l.], v. 56, n. 5, p. 2205–2214, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1111/ijfs.14863>

SILVA, E. C. **Dupla modificação química do amido de mandioca com potencial uso como biomaterial**. 2019. 136 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Química) – Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2019.

SILVA, I. B. *et al.* **Análise dos Impactos Sócio ambientais dos Resíduos das Casas de Farinha de Mandioca: Um Estudo de Caso de Duas Casas de Farinha no Município de Pedra do Fogo-Paraíba**. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE GESTÃO AMBIENTAL E SUSTENTABILIDADE, 2017, João Pessoa. **Anais [...]**. João Pessoa: Ecogestão Brasil, 2017. Trabalho ET-03-030. Disponível em: <http://eventos.ecogestao brasil.net/congestas2017/trabalhos/pdfcongestas2017-et-03-030.pdf>. Acesso em: 12 jun. 2021.

SILVA, L. R. *et al.* Extraction and characterization of starches from pigmented rice. **International Journal of Biological Macromolecules**. v. 156, n. 1, p 485 – 493, aug, 2020.

SINGH, N. *et al.* Morphological, thermal and rheological properties of starches from different botanical sources. **Food Chemistry**, v.81, n. 2, p. 219-231, may, 2003.

SJÖÖ, M.; NILSSON, L. **Starch in Food: Structure, Function and Applications**. 2. nd. Royston: **Woodhead Publishing**, 2017, 916 p.

SOARES, M. O. S. **Sistema de Produção em Casas de Farinha: Uma leitura descritiva na Comunidade de Campinhos - Vitória da Conquista (BA)**. Dissertação (Mestrado em Desenvolvimento Regional e Meio Ambiente) – Universidade Estadual de Santa Cruz, Ilhéus, 2007.

SOYKEABKAEW, N.; THANOMSILP, C.; SUWANTONG, O. A review: Starch-based composite foams. **Composites Part A: Applied Science and Manufacturing**, v. 78, p. 246–263, nov, 2015.

STOFFEL, F. **Desenvolvimento de espumas à base de amido de mandioca**. 2015. 101 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Processos e Tecnologias) - Centro De Ciências Exatas e Tecnologia Universidade de Caxias do Sul, Caxias do Sul, 2015.

TEIXEIRA, E. M. **Utilização de amido de mandioca na preparação de novos materiais termoplásticos**. 2007. 201 p. Tese (Doutorado Ciência Físico-química) – Instituto de Química São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2007.

TESSEMA, A.; ADMASSU, H. Extraction and characterization of starch from anchote (*Coccinia abyssinica*): physico-chemical, functional, morphological and crystalline properties. **Journal of Food Measurement and Characterization**, [s. l.], v. 15, n. 4, p. 3096–3110, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1007/s11694-021-00885-y>

TIRONI *et al.* Desempenho de cultivares de mandioca em ambiente subtropical. **Bragantia**, v. 74, n. 1, p. 58-66, mar, 2015.

TREVOR L. WANG, T. Y. B. and C. L. H. Starch: as simple as A, B, C? **Journal of Experimental Botany**, [s. l.], v. 49, n. 320, p. 481–502, 1998. Disponível em: [https://doi.org/10.1016/S2468-1253\(17\)30405-3](https://doi.org/10.1016/S2468-1253(17)30405-3)

TUMWESIGYE, K. S.; OLIVEIRA, J. C.; SOUSA-GALLAGHER, M. J. Integrated sustainable process design framework for cassava biobased packaging materials: Critical review of current challenges, emerging trends and prospects. **Trends in Food Science & Technology**, v. 56, p. 103–114, oct, 2016.

TUROLA BARBI, R. C. *et al.* Eriobotrya japonica seed as a new source of starch: Assessment of phenolic compounds, antioxidant activity, thermal, rheological and morphological properties. **Food Hydrocolloids**, [s. l.], v. 77, p. 646–658, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2017.11.006>

UNGER, N.; RAZZA, F. Food Waste Management (Sector) in a Circular Economy. *In*: BENETTO, E.; GERICKE, K.; GUITON, M. (org.). **Designing Sustainable Technologies, Products and Policies**. Cham: Springer International Publishing, 2018. p. 127–132. Disponível em: https://doi.org/10.1007/978-3-319-66981-6_15

VALLE T. L.; LORENZI, J. O. Variedades melhoradas de mandioca como instrumento de inovação, segurança alimentar, competitividade e sustentabilidade: contribuições do instituto agrônomo de Campinas (IAC). **Cadernos de Ciência e Tecnologia**, v. 31, n. 1, p. 15-34, jan, 2014.

VAN HUNG, P. *et al.* Physicochemical characteristics and in vitro digestibility of potato and cassava starches under organic acid and heat-moisture treatments. **International Journal of Biological Macromolecules**, [s. l.], v. 95, p. 299–305, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2016.11.074>

VELÁSQUEZ-BARRETO, F. F. *et al.* Esterification and Characterization of Starch From Andean Tubers. **Starch/Staerke**, [s. l.], v. 71, n. 1–2, p. 1–8, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1002/star.201800101>

VELÁSQUEZ-BARRETO, F. F. *et al.* Structural, functional, and chemical properties of small starch granules: Andean quinoa and kiwicha. **Food Hydrocolloids**, [s. l.], v. 120, n. April, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2021.106883>

VILPOUX, O. F.; BRITO, V. H.; CEREDA, M. P. Starch Extracted From Corms, Roots, Rhizomes, and Tubers for Food Application. *In*: **STARCHES FOR FOOD APPLICATION**. [S. l.]: Elsevier, 2019. p. 103–165. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-809440-2.00004-6>

VIZOLLI, I.; SANTOS, R. M. G.; MACHADO, R. F. Saberes quilombolas: um estudo no processo de produção da farinha de mandioca. **Bolema**, v. 26, n. 42B, p. 589-608, abr, 2012.

WANI, I. A. *et al.* **Isolation, composition, and physicochemical properties of starch from legumes: A review**. [S. l.: s. n.], 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1002/star.201600007>

WARREN, F. J.; GIDLEY, M. J.; FLANAGAN, B. M. Infrared spectroscopy as a tool to characterise starch ordered structure - A joint FTIR-ATR, NMR, XRD and DSC study. **Carbohydrate Polymers**, [s. l.], v. 139, p. 35–42, 2016. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2015.11.066>

WESTBY, A. Cassava utilization, storage and small-scale processing. *In*: HILLOCKS, R. G.; THRESH, J. M.; BELLOTTI, A. **Cassava: biology, production and utilization**. Chapter 14. CAB International, 2002, p. 281-200.

WIJAYA, C. *et al.* Isolation and characterization of starch from *Limnophila aromatica*. **Heliyon**, [s. l.], v. 5, n. 5, p. e01622, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2019.e01622>

YU, L.; CHRISTIE, G. Measurement of thermal transitions using differential scanning calorimetry. **Carbohydrate Polymers**, v. 46, n. 2, p. 179-184, oct, 2001.

WORLDATLAS. **Top cassava producing countries in the world**. 2017. Disponível em: <http://www.worldatlas.com/articles/top-cassava-producing-countries-in-the-world.html>. Acesso em: 20 jun. 2021.

XU, A. *et al.* Effects of Different Isolation Media on Structural and Functional Properties of Starches from Root Tubers of Purple, Yellow and White Sweet Potatoes. **Molecules**, [s. l.], v. 23, n. 9, p. 2135, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/molecules23092135>

ZAYED, A.; FARAG, M. A. Valorization, extraction optimization and technology advancements of artichoke biowastes: Food and non-food applications. **LWT**, [s. l.], v. 132, n. July, p. 109883, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2020.109883>

ZENG, J. *et al.* Comparison of A and B starch granules from three wheat varieties. **Molecules**, [s.l.], v.16, n.12, p.10570–10591, 2011. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/molecules161210570>

ZHANG, L. *et al.* Characterization and comparative study of starches from seven purple sweet potatoes. **Food Hydrocolloids**, [s. l.], v. 80, p. 168–176, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.foodhyd.2018.02.006>

ZHANG, P. *et al.* Influences of Extraction Methods on Physicochemical and Functional Characteristics of Three New Bulbil Starches from *Dioscorea opposita* Thunb. cv. Tiegun. **Molecules**, [s. l.], v. 24, n. 12, p. 2232, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.3390/molecules24122232>. Acesso em: 6 jan. 2022.

ZHU, F. Underutilized and unconventional starches: Why should we care? **Trends in Food Science and Technology**, [s. l.], v. 100, n. April, p. 363–373, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2020.04.018>

ZIEBA, T.; SZUMNY, A.; KAPELKO, M. Properties of retrograded and acetylated starch preparations: Part 1. Structure, susceptibility to amylase, and pasting characteristics. **LWT - Food Science and Technology**, v. 44, n. 5, p. 1314–1320, june, 2011.