

Pauca

Este exemplar corresponde a redação final
da tese defendida por José Luis Ramírez
Ascheri e aprovada pela Comissão Julga-
dora em 24.07.87.

Campinas, 24 de julho de 1987.


Presidente da Banca

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS

FACULDADE DE ENGENHARIA DE ALIMENTOS

EXTRAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE AMIDO DE ADLAY
(Colx lacryma Jobi L.)

José Luis Ramírez Ascheri
Eng. de Alimentos

Prof. Dra. Norma Mancilla Díaz
Orientador

08/87

Tese apresentada à Faculdade de Engenharia de Alimentos da
Universidade Estadual de Campinas, para obtenção do Título
de Mestre em Tecnologia de Alimentos.

Campinas
1987

UNICAMP
BIBLIOTECA CENTRAL

A meu Pai
(in memoriam)

AGRADECIMENTOS

- A Prof. Dra. Norma Angélica Mancilla Díaz, pela orientação, incentivo e amizade durante a realização deste trabalho.
- A Faculdade de Engenharia de Alimentos, UNICAMP, pelas facilidades concedidas
- A Prof. Dra. Débora de Queiroz Tavares pela colaboração durante a realização das microfotografias.
- Ao Prof. Dr. César Francisco Ciacco, pelas sugestões no decorrer do trabalho experimental.
- Ao Prof. Dr. William da Silva do Departamento de Genética do Instituto de Biologia da UNICAMP, pelo fornecimento da matéria prima.
- Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico, CNPq, Fundação de Amparo a Pesquisa de São Paulo, FAPESP, pelas bolsas de estudo concedidas.
- Ao Laboratório de Cristalografia do Instituto de Física da UNICAMP.
- Aos meus amigos, graduandos, pós graduandos, e funcionários da FEA.

- A Associação Brasileira das Indústrias de Alimentos, ABIA, pela gentileza das cópias.

- A todos aqueles que de uma maneira ou outra contribuíram para a realização deste trabalho.

ÍNDICE GERAL

	Página
ÍNDICE DE QUADROS	viii
ÍNDICE DE FIGURAS	xi
ÍNDICE DE FOTOGRAFIAS	xiii
RESUMO	xiv
SUMMARY	xvi
 I - INTRODUÇÃO	 1
 II - REVISÃO DE LITERATURA	 3
 A.- ASPECTOS GERAIS SOBRE GÊNERO COIX	
1.- Características externas e internas da semente de Adlay	3
 B.- ASPECTOS GERAIS SOBRE O AMIDO	 6
1.- Estrutura do grânulo de amido	6
2.- Cristalinidade do amido	11
3.- Forma e tamanho do grânulo de amido	12
 C.- EXTRAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE AMIDO	 12

	Página
1.- Considerações sobre extração	12
2.- Caracterização de amido	13
a.- Características físicas	13
i.- Viscosidade intrínseca	15
ii.- Absorção e solubilização do amido em água	15
iii.- Gelatinização e retrogradação	16
iv.- Efeito do pH	19
v.- Efeito de açúcares	19
vi.- Efeito de cloreto de sódio	20
vii.- Efeito do congelamento e descongelamento nas pastas de amido	21
viii.- Claridade de pasta	22
III.- MATERIAIS E MÉTODOS	23
A.- MATERIAL	23
1.- Matéria-prima	23
2.- Reagentes	23
3.- Equipamentos	23

	Página
B.- MÉTODOS	24
1.- Caracterização da matéria-prima	24
a.- Caracterização física	24
b.- Exame histológico do grão descascado	25
c.- Composição química	25
2.- Limpeza e beneficiamento dos grãos	27
3.- Moagem	27
4.- Extração de amido	27
5.- Caracterização de amido	32
a.- Exame microscópico do amido: forma, tamanho e microfotografia	32
b.- Amido danificado	32
c.- Densidade absolutado amido	33
d.- Viscosidade intrínseca	35

	Página
e.- Capacidade de absorção de água e índice de solubilidade	37
f.- Poder de inchamento e índice de solubilização	38
g.- Birrefringência	39
h.- Reação com iodo	40
i.- Determinação Iodométrica de amilose: "Blue Value"	40
j.- Determinação da cristalinidade por raios-X	41
k.- Fracionamento de amido	41
l.- Características de gelatinização e retrogradação	42
i.- Propriedades de pasta de amido	42
ii.- Transmitância óptica do gel	44
iii.- Efeito do congelamento e descongelamento no gel de amido	45
iv.- Efeito do pH nas pastas de amido	45

	Página
v.- Efeito de açúcares nas pastas de amido	46
vi.- Efeito de cloreto de sódio nas pastas de amido	46
IV.- RESULTADOS E DISCUSSÃO	47
A.- CARACTERIZAÇÃO DA MATÉRIA-PRIMA	47
1.- Caracterização física	47
2.- Composição química	47
3.- Corte histológico da semente	47
B.- BNEFICIAMENTO E MOAGEM	54
1.- Rendimento da moagem	54
2.- Análises granulométricas das frações	54
C.- EXTRAÇÃO DE AMIDO	57
D.- CARACTERIZAÇÃO DO AMIDO	60
1.- Composição química	60

	Página
2.- Forma, tamanho, microfotografias	62
3.- Amido danificado	62
4.- Densidade absoluta	66
5.- Birrefringência	66
6.- Viscosidade Intrínseca	68
7.- Capacidade de absorção de água (CAA) e índice de solubilidade (ISA)	68
8.- Poder de inchamento (PI) e índice de solu- bilização (IS) a diferentes temperaturas	73
9.- Reação com iodo	76
10.- Fracionamento de amido	78
11.- Determinação Iodométrica de amilose: "Blue Value"	78
12.- Determinação da cristalinidade por raios-X	80

	Página
13.- Características de gelatinização do amido de Adlay	80
a.- Propriedades de pasta do amido	83
b.- Efeito da concentração hidrogeniônica nas propriedades de pasta	93
c.- Efeito de açúcares nas propriedades de pasta do amido de Adlay	97
d.- Efeito de cloreto de sódio	101
14.- Transmittância óptica do gel	107
15.- Retrogradação: Efeito do congelamento e descongelamento nas pastas de amido de Adlay	111
V.- CONCLUSÕES	112
V.- REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	114

INDICE DE QUADROS

QUADRO Nº	Página
1 - Composição química do Adlay	7
2.- Propriedades e tipos de polissacarídeos do amido	9
3.- Propriedades físicas e químicas de amidos comuns	14
4.- Características físicas dos grãos de Adlay	48
5.- Composição química dos grãos de Adlay	50
6.- Rendimento em moagem dos grãos de Adlay	55
7.- Granulometria das frações de moagem de Adlay	56
8.- Rendimento de amido obtido a partir de diferentes processos de extração, cor e teores de proteína e lipídios presentes no amido	58
9.- Composição química do amido de Adlay obtido pelo processo de extração (b)	61
10.- Distribuição percentual do tamanho dos grânulos de amido de Adlay	65
11.- Temperatura da perda de birrefringência do amido de Adlay, observado no microscópio Kofler	67
12.- Relação entre concentração e tempo de fluxo na viscosidade (V) do amido de Adlay	69
13.- Parâmetros para o cálculo da viscosidade intrínseca do amido de Adlay	70
14.- Viscosidade intrínseca do amido de Adlay	71
15.- Determinação Iodométrica de amilose no amido de Adlay	79

ÍNDICE DE FIGURAS

FIGURA Nº	Página
1.- Secção longitudinal da cariopse de Colix mostrando endosperma quase maduro	5
2.- Esquematização do processo de retrogradação	18
3.- Beneficiamento dos grãos de Adlay no moinho D'Andrea	28
4.- Fluxograma da moagem dos grãos de Adlay no moinho Brabender Quadrumat Senior	29
5.- Processo de extração de amido de Adlay por maceração direta dos grãos descascados	30
6.- Processo de extração de amido a partir de farinha de Adlay	31
7.- Efeito da concentração de tolueno (processo de extração "b") no teor de proteínas e lipídios no amido	59
8.- Determinação de viscosidade intrínseca de amido de Adlay	72
9.- Relação entre temperatura e o poder de inchamento no amido de Adlay	74
10.- Relação entre temperatura e índice de solubilização no amido de Adlay	75
11.- Difractogramas de raios-X de amidos de Adlay, milho ceroso e milho normal	82

FIGURA Nº	Página
12.- Efeito da concentração nas características de viscosidade do amido de Adlay	85
13.- Efeito da concentração nas características de viscosidade do amido de milho ceroso	88
14.- Efeito comparativo das características de viscosidade da pasta de amido de Adlay e milho ceroso em diferentes concentrações	91
15.- Curvas comparativas de viscosidade nos ciclos de aquecimento e resfriamento dos amidos de Adlay e milho ceroso a diferentes concentrações	92
16.- Efeito do pH nas características de viscosidade da pasta de amido de Adlay a 7%	94
17.- Efeito da concentração de sacarose nas mudanças de viscosidade da pasta de amido de Adlay	98
18.- Efeito da concentração de glicose nas características de viscosidade da pasta de amido de Adlay	102
19.- Efeito da concentração de cloreto de sódio nas características de viscosidade de pasta de amido de Adlay	105
20.- Efeito da temperatura na transmitância óptica dos géis de amido de Adlay e milho normal	110

ÍNDICE DE FOTOGRAFIAS

FOTOGRAFIA Nº	Página
1.- Grãos do cereal Adlay (<i>Coix lacryma Jobi</i> L.) Integral e descascado	49
2.- Corte histológico hidratado do endosperma de Adlay observado sob luz polarizada	51
3.- Corte histológico, corado por azul de metileno, do tecido da semente (embrião) esvasiado do conteúdo celular, demonstrando as paredes perfuradas por orifícios numerosos e regulares	52
4.- Amido observado no microscópio óptico demonstrando a característica forma esférica e achatada com de- pressão central	63
5.- Amido observado sob luz polarizada demonstrando conservação da estrutura pela formação da cruz de malta em todos os grânulos	64
6.- Tubos mostrando a coloração da reação com Iodo dos amidos de Adlay, milho ceroso e milho normal	77

RESUMO

O presente trabalho objetivou o estudo das condições de extração de amido do cereal Adlay (*Coix lacryma Jobi* L.), assim como a caracterização físico química desta provável fonte de amido.

A composição química do grão de Adlay apresentou, assim como outros cereais, um alto teor de carboidratos (69,51%), porém também um teor relativamente alto de proteínas (16,82%). Os estudos de beneficiamento e moagem da semente mostraram que é possível produzir farinhas utilizando a beneficiadora de arroz e posterior moagem no moinho Brabender Quadrumat Senior.

O amido de Adlay obtido a partir de farinhas, usando tolueno:água na proporção de 1:8 apresentou rendimentos de aproximadamente 44,9% e teores de proteína e lipídios de aproximadamente 0,5% e 0,89%, respectivamente. O teor de amido danificado foi de 1,2 Unidades Farrand.

O exame microscópico do amido de Adlay em microscópio óptico mostrou que este grânulo é pequeno (1,2 a 3,5 micra) e tem forma esférica e achatada com depressão central. Com luz polarizada os grânulos apresentaram cruz de malta central.

A perda da birrefringência inicia-se aproximadamente a 68°C e esta perda é praticamente total a 75°C.

A densidade absoluta foi 1,4793 g/ml e a viscosidade intrínseca 1,3257 dl/g. A capacidade de absorção em água fria foi de 119,2% e o índice de solubilização 0,09%. O Poder de inchamento e índice de solubilização a 95°C foi de 48,35 g/g e 20,81 %

respectivamente.

A reação com iodo apresentou cor marrom escura, semelhante à encontrada no amido de milho ceroso, porém diferente da cor azul apresentada pelo amido de milho normal. O valor de "Blue Value" foi de 2,32% de amilose, o que justifica a cor da reação com iodo e o fato de não ter conseguido precipitação da amilose no fracionamento do amido.

Na determinação da cristalinidade por raios-X os difratogramas obtidos apresentaram o padrão do tipo A, típico de amido de cereais.

O estudo das propriedades de pasta do amido de Adlay mostrou que este tipo de amido apresenta alta temperatura de início de formação de pasta comparado com amidos normais de cereais, porém a faixa de gelatinização é estreita, mostrando que as forças que mantêm a estrutura do grânulo são homogêneas. Uma vez atingida a viscosidade máxima, esta diminui rapidamente, aproximadamente até 50% da viscosidade máxima. Durante o ciclo de resfriamento o aumento de viscosidade é pequeno de aproximadamente 10% da viscosidade mínima a temperatura constante de 95°C.

Os testes de retrogradação mostraram que o amido não apresentou exsudação de água após 15 dias de armazenamento a -2°C. Os valores de transmitância óptica a 95°C e/ou com posterior resfriamento foram mais altos que o do milho normal.

Amidos tratados a diferentes pHs (3-8) não mostraram mudanças significativas nas suas propriedades de pasta, assim como também a adição de sacarose (10-60%), glicose (2-30%) e cloreto de sódio (2-6%).

SUMMARY

The objective of this research was to study the conditions for starch extraction from the cereal Adlay (*Colx lacryma Jobi* L.) as well as to carry out physico-chemical characterization of this probable starch source.

Like other cereals, the Adlay grain showed high levels of carbohydrate (69.51%) but accompanied by relatively high levels of protein (16.82%). Processing and milling studies of the grain showed that it was possible to produce flour using a rice processor and subsequent milling in the Brabender Quadrumat Senior mill.

Using toluene: water mixture in the proportion 1:8, starch yields of approximately 44.9% were obtained from Adlay flour with protein and lipid levels of approximately 0.5% and 0.89% respectively. The level of damaged starch was 1.2 Farrand units.

Under the optical microscope, the Adlay starch grain was shown to be small (1.2-3.5 μ), spherical and flattened, with a central depression. Under polarized light, the granules presented a central malta cross.

The loss of birefringence started at approximately 68°C, being practically complete at 75°C.

The absolute density was 1.4793 g/ml and the intrinsic viscosity 1.3257 dl/g. The absorption capacity in cold water was 119.2% and the solubility index 0.09%. The swelling power and solubility index at 95°C were 48.35 g/g and 20.81% respectively.

A dark brown colour was produced with iodine similar to that obtained with waxy corn starch, but different from the blue colour obtained with the starch from normal corn. The Blue Value indicated a 2.32% content of amylose, which justifies the colour obtained in the iodine reaction and the fact that there was no precipitation of amylose during the fractionation of the starch.

The diffractograms obtained in the determination of crystallinity by X-rays were of the type A pattern, typical of cereal starches.

In a study of the properties of Adlay starch paste, it was shown that the temperature for the initial paste formation was high as compared to other cereal starches, but that the gelatinization range was narrow, showing that the forces maintaining the structure of the grain were homogeneous. Once maximum viscosity was attained there was a rapid loss, up to 50% of the maximum viscosity. The viscosity increase during the cooling cycle was small, amounting to approximately 10% of the minimum viscosity at the constant temperature of 95°C.

Retrogradation tests showed no exudation of water from the starch after 15 days of storage at -2°C. The optical transmittance values at 95°C and/as with subsequent cooling, were higher than those obtained with normal corn starch.

Treatment of the starch at different pH values (3-8) showed no significant changes in the properties of the starch paste and nor did the additions of sucrose (10-60%), glucose (2-30) or sodium chloride (2-6%).

1.- INTRODUÇÃO

O Adlay é um cereal pertencente à família das gramíneas, gênero *Coix*, espécie *Coix lacryma Jobi L.* é uma das muitas variações da espécie silvestre, sendo originária dos trópicos de ambos os hemisférios.

Esta espécie, no Brasil denominada "Lágrimas de Job"; "Lágrimas de Nossa Senhora" ou "Contas de Nossa Senhora", têm sido usadas como adornos e enfeites para colares e até hoje apresentam valor econômico mínimo, BARRETO (4).

RAZETO, citado por BARRETO (4) divulgou as notáveis propriedades do Adlay, o qual foi introduzido na Nicarágua e na Bolívia, de onde se irradiou para o Perú, Chile e Brasil.

Esta gramínea pode ser produzida no Brasil, desde o Sul até o Amazonas, com facilidades de cultivo e altos rendimentos, Silva (62).

Wester, citado por MATZ (40) estudou os aspectos nutricionais de variedades desenvolvidas nas Filipinas e concluiu que o conteúdo de proteína é similar ao de trigo, mas o valor biológico seria superior. O conteúdo de carboidratos, exceto fibra, é de 58,5%, indicando boas possibilidades para obtenção de amido.

SCHAAFFHAUSEN (61) ressaltou a importância do cereal como potencial econômico na elaboração de diversos produtos para alimentação humana.

As sementes de Adlay do tipo casca mole vêm sendo cultivadas, há 3 anos, no Instituto de Biologia da Universidade Estadual de Campinas, com rendimentos aproximados de 3.000 kg/ha

SILVA (62).

Na escolha de uma cultura como provável fonte de amido deve-se observar que esta seja adaptável a determinadas regiões, tenha bom rendimento agrícola, fácil cultivo e colheita, resistência a pragas e doenças e tenha bom teor de amido, ou ainda, que este amido tenha características especiais, CIACCO & CRUZ (13).

O Adlay, sendo um cereal que pode ser cultivado em numerosas regiões do Brasil sem exigências de solo e com bom rendimento, poderia ser utilizado com êxito como nova fonte de amido para diversos usos. Dessa forma, o objetivo do presente trabalho é desenvolver uma tecnologia que permita o eventual aproveitamento industrial desta planta, estudando as condições ideais de extração de amido de Adlay, assim como as caracterizações físico-químicas desta nova fonte de amido.

II.- REVISÃO DE LITERATURA

A.- ASPECTOS GERAIS SOBRE O GÊNERO COIX.

O gênero coix é um membro da família das gramíneas, tendo a espécie *Coix lacryma Jobi* L. , na classificação botânica, as variedades Adlay e Coix Tailandês. Segundo SCHAAFFHAUSEN (61) , várias espécies foram descritas como constituintes do gênero Coix, mas muitos autores admitem apenas duas ou três, sendo que o *Coix lacryma Jobi* L. é a mais conhecida.

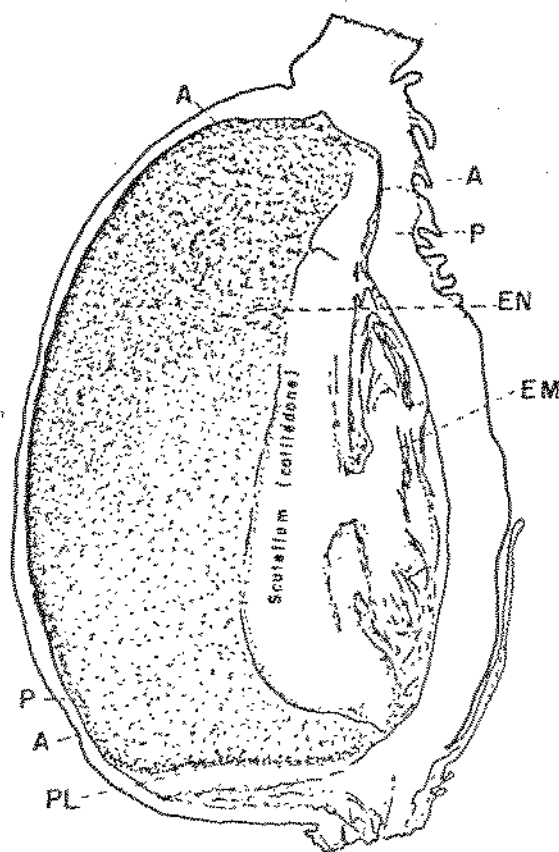
BARRETO (4), explicou que a planta de Adlay tem o colmo erecto, liso, atingindo em geral 2 a 5 metros de altura, com as folhas invaginantes de 1/2 metro de comprimento e 3 a 5 cm de largura, de cor verde esbranquiçada. A inflorescência é em espigas terminais e axilares, sub-fasciculadas, com as flores femininas na parte inferior e as masculinas na superior. O fruto é uma cariópse ovalada ou arredondada, rugosa, de 5 até 10 mm de largura, pesando cada 12 a 15 frutos, uma grama. A cor do fruto varia desde branca até roxa avermelhada escura, sendo a superfície lustrosa e a casca, quebradiça e fina.

1.- Características externas e internas da semente de Adlay.

O grão de Adlay é recoberto por um invólucro de palha e protegido por uma fina película marrom-clara, sendo que 100 litros de frutos pesam em média 48 kg, e 100 kg de frutos dão 40 kg de invólucros (cascas) e 60 kg de farinha, BARRETO (4).

A semente de Adlay, assim como as dos cereais, caracteriza-se por possuir o germen ou embrião e endosperma envolvidos por uma camada de epiderme e uma cobertura da semente, estas últimas chamadas normalmente de farelo. O endosperma é formado por uma camada superficial conhecida como aleurona e uma parte interna chamada de endosperma amiláceo por conter principalmente amido. (figura 1)

A parte mais importante da semente é o endosperma onde a diferenciação dos tecidos, o desenvolvimento da semente de Coix, a acumulação de material de reserva seguem os processos usuais do milho ou outro cereal. A semente de Coix protege peculiarmente o seu embrião . No grão maduro o embrião ainda se acha abrigado pelo endosperma o qual circunda-o quase integralmente. Sendo o endosperma o tecido de reserva da semente, a acumulação de material ocorre durante a formação do próprio endosperma através de sua placentação na base do fruto. Quando o endosperma atinge metade do seu desenvolvimento, começam a aparecer os grãos de amido e de proteína na parte superior do grão. As proteínas são mais numerosas na superfície, escasseando-se para o interior do endosperma. Por outro lado, os grãos de amido começam a crescer nas células mais interiores até atingir seu tamanho real. A formação do amido continua interiorizando-se através do endosperma, sendo seu modelo de distribuição um condicionamento hereditário, WEATHERWAX (68). Quando a semente se aproxima de sua maturidade fisiológica, a deposição dos grânulos de amido se dirige para a periferia, até que reste apenas a camada de aleurona isenta de amido.



A- CAMADA DE ALEURONA; EM- EMBRIÃO; EN- ENDOSPERMA; P- PERICARPO;
PL- TECIDO PLACENTÁRIO DE ENDOSPERMA.

FIGURA 1 - Secção longitudinal da cariopse de Coix mostrando endosperma na semente quase madura.

Fonte: WEATHERWAX (68).

A composição química aproximada do Adlay de acordo com os dados encontrados na literatura (4 , 39 , 40) apresenta-se no Quadro 1.

B.- ASPECTOS GERAIS SOBRE O AMIDO.

1.- Estrutura do grânulo de amido

O maior componente dos cereais é o amido, sendo este constituído quimicamente por alfa-D-glicopirranose que se polimeriza através de ligações de alfa-D-1,4 e alfa-D-1,6. Esta polimerização dá origem a duas frações básicas do amido: amilose e amilopectina ,WOLFRON & KHADEM (67).

A amilose é um polímero linear ligado por cadeias de glicose alfa-1,4 , enquanto que a amilopectina, além de apresentar a cadeia linear alfa-1,4 , se ramifica formando cadeias alfa-1,6. O grau de polimerização e arranjo molecular depende da espécie vegetal e de seu estágio de maturação, (6).

De acordo com LINEBACK (38) e MANNERS (48), o conteúdo de amilose nos grânulos de amido varia, dependendo da origem botânica, mas geralmente encontra-se nos limites de 20 a 30% nos amidos de cereais normais. Os mesmos autores informaram ainda que algumas variedades de milho, cevada e arroz são referidas pelo termo "waxy" (ceroso). Nestas variedades, o conteúdo de amilose no amido é menor que 1% . Em contraste, vários amidos são conhecidos como "High-amilose" (alto conteúdo de amilose), os quais contêm acima de 60% de amilose.

MANNERS (48) indicou que, além de amilose e amilopectina alguns amidos contêm uma quantidade significativa de outros po-

QUADRO 1.- Composição química do Adlay **

Componentes (%)	Autores		
	HATZ (40)	BARRETO (4)	MANCILLA et alii*(39)
Proteína	13,6	12,4	18,7
Lipídios	6,1	5,4	7,6
Fibra	8,4	0,8	0,6
Carboidratos	58,5	69,9	72,4
Cinzas	2,6	1,5	0,73
Umidade	11,9	10,0	---

*Expressos em percentagem na base seca.

**Proteína N x 6,25

lissacarídeos (fitoglicogênios), usualmente referidos como a fração intermediária, a qual contém também cadeias ligadas em α -1,4-D-glicopirranose, mas a média do comprimento das cadeias e o número de cadeias por molécula são diferentes dos de amilose e amilopectina, (Quadro 2)

O amido estrutura-se na forma de grânulos, que variam em forma e tamanho, dependendo da origem botânica.

Os grânulos de amido normalmente contêm regiões cristalinas, que ao serem observadas através do microscópio com luz polarizada apresentam a característica cruz de malta. A estrutura também apresenta um padrão na difração do raio-X que pode ser cêntrico (amido de trigo) ou excêntrico (amido de batata), BADENHUIZEM (6).

GRACZA (27) relatou que, além dos polissacarídeos como amilose e amilopectina, os grânulos de amido contêm compostos nitrogenados, lipídios e minerais, que, apesar de estarem presentes em baixa concentração podem ter influência marcante nas propriedades do amido.

GRACZA (27), CIACCO & CRUZ (13) evidenciaram que as características aniônicas do amido de batata, que contem 0,04 - 0,10% de fósforo na forma de fosfato esterificado, afetam o comportamento coloidal de seu amido, sendo que estes grupos fosfatos estão presentes quase que exclusivamente na amilopectina.

Muitos amidos, particularmente aqueles provenientes de cereais contêm cerca de 0,6% de lipídios, que podem complexar-se com amilose, alterando as propriedades reológicas do amido. Outros componentes como proteínas, nucleotídeos e várias substân-

Quadro 2 .Propriedades e tipos de polissacarídeos do amido

Propriedade	Amilose	Amilopectina	Fitoglicogênio
Estrutura geral	Essencialmente não ramificada	Ramificada	Altamente ramificada
Média do comprimento da cadeia	Aproximadamente:1.000	20 - 25	10 - 14
Grau de polimerização	Aproximadamente:1.000	10.000 a 100.000	aproximadamente:100.000
Coloração com Iodo	Azul intenso	Púrpura	Marrom
Longitude de onda máx. (nm)	Aproximadamente: 660	530-550	430- 450
Estabilidade em solução aquosa	retrograda	Estável	Estável

Fonte MANNERS (48).

cias inorgânicas são considerados como impurezas, uma vez que estão covalentemente ligados a polissacarídeos, KERR (32) e LINEBACK (38).

A molécula de amilose na sua forma cristalina apresenta uma conformação helicoidal, a qual devido à conformação das unidades de glicose, forma um interior hidrofóbico. Entretanto em soluções aquosas diluídas, as moléculas de amilose apresentam-se como segmentos distendidos, com os passos da hélice afastados um dos outros, permitindo a existência de pontes de hidrogênio entre ciclos subsequentes da hélice, (13, 38, 48).

De acordo com FORSTER (22), quando ácidos graxos ou álcoois de alto peso molecular são adicionados a soluções diluídas de amilose, ocorre a formação de complexos insolúveis. Nestes complexos, a parte hidrofóbica do composto está inserida no interior da hélice, formando compactação da mesma. O mesmo autor explicou ainda que a formação de complexos entre amilose e certos álcoois, como por exemplo n-butanol, é o princípio básico para separação da amilose da amilopectina.

A estrutura helicoidal da amilose também propicia a formação de um complexo azul entre este polissacarídeo e iodo. O mecanismo de formação deste complexo amilose-iodo envolve a inserção de uma cadeia linear de iodo-iodeto no interior da hélice. Na prática esta propriedade é usada para quantificar amilose. A cor azul ocorre quando existem pelo menos 40 unidades de glicose na cadeia, enquanto que as cadeias menores dão complexos de cor vermelha, amarela ou marrom, BRAVERMAN (11).

A amilose nativa, quando em solução diluída de iodo

-iodeto de potássio, absorve cerca de 19 a 20 % de seu peso em iodo, enquanto que a absorção da amilopectina em condições semelhantes é praticamente nula.

2.- Cristalinidade do amido.-

Através de diferentes diagramas de difração de raios-X LINEBACK (38) caracterizou as regiões cristalinas do grânulo de amido : a) O diagrama A é típico dos amidos de cereais tais como milho, trigo e arroz; b) o diagrama B é característico de amidos de tubérculos (batata) e frutos (banana). c) alguns amidos como os de ervilha e alguns tipos de feijão têm o diagrama C, intermediário entre A e B. Segundo o mesmo autor, o grau de cristalinidade do grânulo de amido é difícil de ser estimado, porém o grânulo pode ter igual quantidade de regiões cristalinas altamente organizadas, e de regiões amorfas.

O diagrama de difração de raios-X e birrefringência do milho ceroso é semelhante ao do milho normal, entretanto, o milho "High-Amylose" (com alto conteúdo de amilose) apresenta pouca cristalinidade e menor birrefringência do que o milho normal. Dados similares têm sido reportados para amidos de outras fontes LINEBACK (38).

3.- Forma e tamanho do grânulo de amido.

O amido aparece na forma de grânulos distintos. A forma e tamanho são decorrentes da origem botânica, variedade, grau de maturação e condições de cultura conforme se apresenta no Quadro 3. As formas podem ser elípticas, ovais, arredondadas, triangulares, poliédricas, reniformes e os tamanhos variam de 1-2 até 200 μ m, LILL & LINEBACK (37).

C.- EXTRAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE AMIDO

1.- Considerações sobre extração

O método de extrair e purificar o amido depende do material em estudo. Em linhas gerais, o procedimento inclui as seguintes etapas: maceração em água ou em determinadas soluções, moagem, peneiragem, purificação por lavagens sucessivas, centrifugação, secagem a temperaturas inferiores a 50°C e pulverização.

No processo de maceração, em alguns casos, torna-se necessária a adição de compostos que facilitem a separação do amido e que evitem a fermentação e outras degradações enzimáticas, (13, 14, 15, 16, 29, 32, 49).

GREENWOOD & THOMSON (24) e COLONNA & MERCIER (15) relataram a metodologia de extração de amido de leguminosas, mediante a maceração dos grãos em uma solução contendo 0,01 M de cloreto de mercúrio, a fim de que seja inibida a atividade enzimática. Após

a maceração, a solução homogênea é passada através de peneiras de 150 e 75 micra; os grânulos de amido, quando sedimentados, são coletados, desproteïnados por repetidas extrações com tolueno e desengordurados com metanol 80% em ebulição. O amido, assim purificado, contém menos de 0,25% de proteína.

SCHOCH & MAYWALD, citados por COLONNA & MERCIER (15), trataram os grãos sucessivamente com uma solução de tolueno a 50°C durante uma noite para a extração de amido de leguminosas. Segundo os mesmos autores, a adição de hidróxido de sódio 0,075 N na extração de amido pode remover as proteínas fortemente ligadas ao grânulo como no caso da ervilha.

De acordo com CIACCO & CRUZ (13) antes da moagem úmida do milho, este é amaciado através de um processo de maceração, o que facilita o sistema de moagem e a separação dos componentes. O processo de maceração envolve um fluxo constante, em contra corrente de uma solução aquosa contendo anidrido sulfuroso. O tempo de maceração é normalmente de 30 a 50 horas, à temperaturas de 48-50°C.

2.- Caracterização de amido

a.- Características físicas

Em adição as características apresentadas no Quadro 3, tais como tamanho e forma de grânulo, poder de inchamento, solubilidade e temperatura de gelatinização, serão descritas, a seguir, algumas propriedades utilizadas para caracterizar um amido.

Quadro 3.- Propriedades físicas e químicas de amidos comuns

Amido	Tamanho do grânulo (µm)	Forma do grânulo	Amilose %	Poder de inchamento a 95°C	Solubilidade a 95°C	Temperatura de gelatinização °C
Cevada	2 - 35	redonda, elíptica	22	19,9 *	0,0733 **	59 - 64
Milho normal	5 - 25	redonda, poligonal	26	24,0	23	62 - 72
Milho ceroso (waxy)	5 - 25	redonda, oval	~ 1	64,0	23	63 - 72
Amylomaize	15	redonda	acima de 80	6,0	12	85 - 87
Arroz	3 - 8	poligonal	17	19,0	--	61 - 78
Centeio	2 - 35	elíptica, lenticular	23	27,4 *	0,0191 **	57 - 70
Sorgo	5 - 25	redonda, poligonal	26	22,0	22	68 - 75
Trigo	2 - 35	redonda, elíptica	25	21,0	41	62 - 75
Aveia	-	redonda, poliedral	27	--	--	53 - 59
Batata	15-100	oval	24	1000	82	56 - 59
mandioca	5 - 35	redonda, oval	17	71	48	52 - 64
Sagu	20- 60	oval	27	97	--	60 - 72

Fonte: POMERANZ (52) ; * HARRIS & JESPERSON (28) ; ** LINEBACK (38)

1. Viscosidade intrínseca .-

Segundo LEACH (34) a viscosidade intrínseca é uma medida da fricção interna ou resistência ao deslocamento de moléculas de alto peso molecular em uma solução.

FORSTER (22) conceituou a dimensão da viscosidade como a recíproca da concentração, e sua unidade pode ser expressa em ml/g, tendo como aplicação prática a determinação do peso molecular e como considerações teóricas a conformação de polímeros e a interação polímero-solvente.

Usando um viscosímetro de Ostwald e concentrações de 0,1 a 0,4 % de amido, McARTHUR & D'APPOLONIA (42) encontraram os valores de viscosidade de 1,42 a 1,59 ml/g para o amido de aveia. Em centeio e triticales, os valores de 1,96 e 2,13 ml/g respectivamente foram encontrados por BERRY et al (9) e em trigo, houve uma variação de 1,49 a 2,32 ml/g, MEDCALF & GILLES (44).

11. Absorção e solubilidade do amido em água

A absorção de água do amido assim como a solubilidade são decorrentes da estrutura cristalina do amido, resultante da interação inter ou intramolecular por pontes de hidrogênio. Esta absorção é diferenciada dependendo da temperatura da água.

A absorção de água fria é limitada e reversível. No amido de alguns cereais, como o trigo, a absorção de água va-

ria de aproximadamente 80 a 100% (35) e na aveia de 85 a 87 % (42) ; em legumes, essa faixa é de 78 a 92,4% .

Em água quente a rede micelar do amido é enfraquecida devido ao rompimento das pontes de hidrogênio, aumentando grandemente a absorção de água, ocorrendo com isto, inchamento do grânulo e solubilização do amido.

Os amidos de raízes e tubérculos incham mais que os de cereais; estes últimos apresentam o inchamento em dois estágios indicando a presença de forças heterogêneas. Segundo SCHODCH (58), nos amidos de legumes, a solubilização a 100°C varia de 17,5 a 28,6% . Em algumas variedades de trigo a solubilização foi de 20 a 32%. HARRIS & JESPERSON (28), encontraram valores de até 41% para determinadas variedades de trigo.

III. Gelatinização e retrogradação

O comportamento de uma dispersão de amido, frente ao calor, ao frio, as forças de cisalhamento e agentes químicos, é decorrente da organização molecular, dos grupos OH e pontes de hidrogênio que produzem a re-associação das cadeias moleculares colocadas na amilose em forma paralela. É de observação corrente, que durante o aquecimento, os grânulos insolúveis a frio se incham em água quente formando uma pasta viscosa. Durante o aquecimento em presença de suficiente quantidade de água a aparência dos grânulos não muda, até atingir uma temperatura crítica, denominada temperatura de gelatinização. Nesse momento o

grânulo perde as características de birrefringência, (19, 52).

A temperatura de gelatinização varia com a origem botânica, tipo de amido, (natural ou modificado) e indica o momento em que o nível energético é suficiente para dissociar as ligações de hidrogênio que mantem o arranjo das cadeias moleculares no grânulo, CIACCO & CRUZ (13), DURAND (19).

A viscosidade da pasta, que pode ser determinada através do viscosímetro Brabender, depende da natureza do amido, da concentração, da temperatura, do pH, e da relação amilose-amilopectina.

O aquecimento acima da temperatura de gelatinização implicam a continuidade da quebra de pontes de hidrogênio, aumentando a penetração de moléculas de água no grânulo, as quais se associam a grupos hidroxilas liberados durante o processo. Isto provoca um aumento progressivo do volume do grão, da solubilidade do amido, da transparência e viscosidade da pasta. O processo continúa até atingir a viscosidade máxima. Quando as forças de coesão que mantêm a estrutura do grânulo se enfraquecem até perder sua integridade a viscosidade começa a diminuir. Se neste ponto, se deixa esfriar a pasta, as moléculas de amilose voltam a se associar lentamente, formando um precipitado (cristalinização) ou um gel (formação de uma rede tridimensional) e volta a aumentar a viscosidade. Este fenômeno é denominado como retrogradação, (19, 22).

Amidos de grãos cerosos (arroz, milho e sorgo) não apresentam praticamente retrogradação por conter muito pouca amilose. A figura 2 explica o processo de retrogradação. Quando

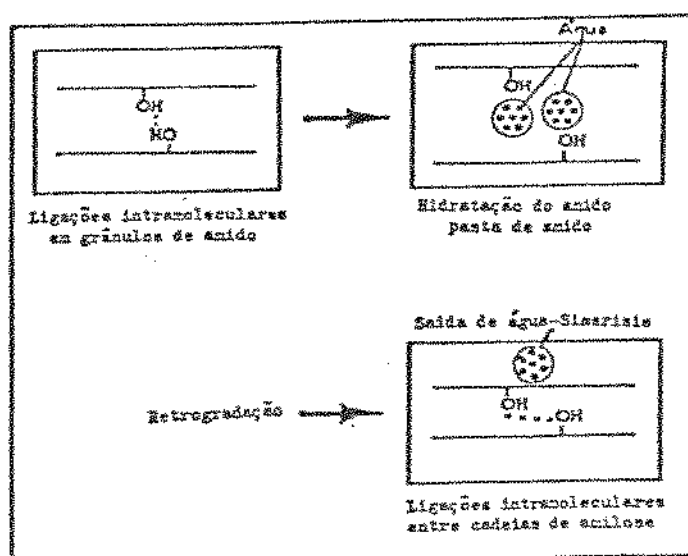


FIGURA - 2 Esquematização do processo de retrogradação
Fonte: DURAND (19)

as cadeias estão afastadas, também os grupos OH estão afastados, portanto as moléculas de água podem colocar-se entre elas. Devido a retrogradação as cadeias se fecham e as moléculas de água são eliminadas do sistema, que é denominado de sinérese.

iv.- Efeito do pH

A presença de ácidos na gelatinização causa hidrólise do amido e provoca uma queda na viscosidade da pasta. Em alimentos com pH 4-7, essas propriedades são pouco afetadas. Nos alimentos com pH menor que 4 a ação de ácidos provoca um maior entumescimento do grânulo de amido e, conseqüentemente, causa uma diminuição na temperatura de pasta e aumento na fragilidade do grânulo entumescido, OSMAN (51).

v.- Efeito de açúcares

BEAN & OSMAN (7), verificaram o efeito de açúcares nas propriedades de pasta do amido de milho, indicando um ligeiro aumento da viscosidade em concentrações de até 20%, decrescendo em maiores concentrações e observando-se uma diminuição da força do gel.

RADLEY (53) considerou que a sacarose inibe o inchamento dos grânulos devido à pressão osmótica; assim os açúcares competem com o amido pela água, deixando menos água livre para hidratação dos grânulos durante a gelatinização. Em alimentos ácidos, o efeito do açúcar nas propriedades da pasta é benéfico,

pois evita uma hidrólise excessiva do amido. A adição de sacarose nestas pastas contrabalança o efeito do ácido, aumentando a temperatura de viscosidade máxima e a resistência do grânulo à ruptura.

Segundo SAVAGE & OSMAN (57), os dissacarídeos mostram maior restrição ao inchamento do que os monossacarídeos. D'APPOLONIA (17) estudou o efeito da sacarose nas propriedades de pasta de amido de trigo, e observou que a percentagem de 2 a 16% não alteram significativamente a temperatura de pasta ($83,5^{\circ}\text{C}$). A partir de 20% observou-se um aumento gradativo dessa temperatura até um máximo de 90°C . Em concentrações altas de sacarose (40-50%), não existe pico definido no diagrama de viscosidade. Somente observam-se picos definidos a 30% de concentração, atingindo 705 U.B. de viscosidade.

Segundo CIACCO & CRUZ (13) a presença de açúcares em gels também causa aumento na sinérese e uma maior tendência à retrogradação. A retrogradação de gels de amido pode ser minimizada pela adição de certos polissacarídeos, antes da gelatinização do amido. A adição de amilopectina em pastas de amido diminui, sensivelmente, a velocidade de retrogradação.

vi.- Efeito de cloreto de sódio

D'APPOLONIA (17) estudando o efeito de NaCl, no amido de trigo, nas concentrações de 1; 2; 3; 3,5; e 4% ; observou significativo incremento na viscosidade máxima nas concentrações de 1 a 3,5% de NaCl, porém sem alterar a temperatura de

viscosidade máxima . No ciclo de resfriamento foi notado uma queda considerável de viscosidade na concentração de 4 % em relação ao controle. GANZ (23) observou que concentrações de até 2,5 % de NaCl adicionados a pastas de amido a 60°C aumentaram a viscosidade máxima e o tempo necessário para atingir essa viscosidade. Quando a adição foi feita a temperatura de 70°C não foram observados aumentos desses parâmetros.

vii.- Efeito do congelamento e descongelamento nas pastas de amidos.

A metodologia descrita por ALBRECHT et al (1) de congelamento e descongelamento de pastas de amido está principalmente baseada na exudação de água durante a estocagem a frio através do tempo. Estas condições de estocagem em amidos comuns promove condições ótimas de retrogradação . Assim o amido de milho retrograda muito mais rapidamente a 4°C do que a temperatura ambiente, POMERANZ (52) . Segundo o mesmo autor amidos cerosos (mesmo modificados e com ligações cruzadas) apresentam poucas mudanças após 4 semanas de estocagem a frio, ocorrendo a separação de água depois de 14 semanas de estocagem; por outro lado, segundo o mesmo autor, amidos de sorgo e milho normal (com proporção aproximada de 1:3 de amilose/amilopectina) não resistem nem mesmo uma semana de estocagem a frio. Embora o sorgo ceroso tenha boas condições de retenção de água tem a peculiaridade de apresentar alta viscoelasticidade para uso em alimentos, a qual pode se reduzida através de ligações cruzadas.

viii.- Claridade de pasta.-

Segundo POMERANZ (52) , depois da viscosidade, o mais importante aspecto de qualidade de uma pasta de amido é a aparência visual com respeito à transparência ou opacidade da mesma. A avaliação da opacidade de pastas de amido pode ser feita através de transmissão de luz da pasta numa célula de 1 cm. Assim o amido de batata apresenta alta claridade de pasta, o sorgo um valor relativamente baixo, enquanto que o amido de milho mostra alta opacidade. No entanto, o amido de sorgo ceroso com ligações cruzadas apresenta maior opacidade do que o amido de milho. Normalmente os consumidores não julgam a claridade da pasta através da transmissão de luz, mas pela reflectância da mesma. Por esta razão é necessaria a determinação espectrofotométrica da reflectância . O amido gelatinizado a várias concentrações é estocado por 1 dia a 10°C para permitir a retrogradação. A pasta é colocada numa cápsula preta e a reflectância determinada. O sistema é calibrado com dióxido de magnésio como 100% . Os resultados obtidos por esta técnica são razoáveis, assim, o amido de milho apresenta alta opacidade, concordando com a forte tendência à retrogradação. Amido de batata é muito mais claro, mas desenvolve opacidade a altas concentrações. Os amidos de sorgo ceroso, normal e modificado por ligações cruzadas são mais claros e apresentam poucas mudanças com aumento da concentração.

III.- MATERIAIS E METODOS

A.- MATERIAL

1.- Matéria-prima

A matéria-prima usada para os estudos foi o cereal Adlay Colx lacryma Jobi L. (safra de 1983), fornecido pelo Departamento de Genética do Instituto de Biologia da Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP). Foram utilizadas 100 Kg de sementes nas diferentes análises de caracterização.

2.- Reagentes

Os reagentes usados nas determinações estão dentro dos padrões de grau de pureza exigidos para análises.

3.- Equipamentos

Classificador pneumático marca Blasl

Moinho de arroz marca D'Andrea

Moinho Brabender Quadrumat Senior

Centrífuga marca Fanem

Centrífuga marca Walita, modelo HL 3294

Estufa com circulação forçada de ar e controle de temperatura marca Fanem

Banho de água com controle de temperatura e agitação mar-

ca ética

Microscópio óptico marca Janamed Variant

Microscópio Kofler, con resistência eléctrica

Difratômetro Phillips modelo PW 1140

Extrator de gordura "Soxhlet"

Bomba de vácuo marca Waters

Aparelho para determinação de proteínas tipo Kjeldahl

Espectrofotômetro marca Micronal

Viscoamilógrafo Brabender

Viscosímetro marca Cannon-Ubbelohde N° 50

B.- MÉTODOS

1.- Caracterização da matéria-prima

a.- Caracterização física

As características físicas das sementes foram feitas através do:

- i. peso de 1000 grãos
- ii. Número de grãos por grama
- iii. Média do comprimento do grão
- iv. peso médio do grão

b.- Exame histológico do grão descascado

As sementes de Adlay foram seccionadas manualmente em cortes finos com lâmina de barbear.

Foram selecionadas amostras do endosperma, as quais após livre hidratação foram colocadas sobre lâmina histológica e imersas numa solução de lugol,, conforme sugerido por BEHMER et al (10) com a finalidade de detectar a presença de amilose.

Com o objetivo de visualizar os componentes lipídicos utilizaram-se outras secções da semente as quais foram tratadas com solução alcoólica de Sudan IV, conforme recomendado por JESEN (30).

Com a finalidade de remover o amido do endosperma, hidrataram-se outras secções finas das sementes que após sucessivos enxagues, foram tratados com solução aquosa de azul de metileno a 0,5%, depois desidratadas com álcool para montagem histológicas permanentes. Após as observações no microscópio as amostras foram fotografadas.

c.- Composição química

1.- Umidade.-

Usou-se o método descrito na American Association of Cereal Chemistry AACC 45-15 (2).

ii.- Proteína.-

Usou-se o método semi-micro Kjeldhal, descrito na AACC 46-12 (2), usando-se arbitrariamente o fator 6,25 para conversão do nitrogênio determinado em proteína.

iii.- Lipídio.-

Para a determinação do teor de lipídios das sementes e farinha, usou-se o método de BLIGH & DYER (8).

Determinou-se o teor de lipídios do amido segundo a metodologia descrita na AACC 30-35 (2), usando-se o éter de petróleo como solvente.

iv.- Cinzas.-

A determinação de cinzas foi feita segundo o método descrito na AACC 08-16 (2).

v.- Fibra crua.-

Utilizou-se o método de VAN DE KAMER & VAN GINKEL (31) .

2.- Limpeza e beneficiamento dos grãos

A limpeza dos grãos, a retirada da palha e das impurezas, foi feita através de classificação pneumática. O descascamento foi feito num moinho de arroz marca D'Andrea, conforme fluxograma apresentado na figura 3

3.- Moagem

A farinha de Adlay foi obtida pela moagem das sementes limpas e descascadas, no moinho experimental Brabender Quadrumat Senior, segundo fluxograma apresentado na figura 4, misturando-se as farinhas de quebra e de redução.

4.- Extração de amido

A extração do amido foi feita usando-se 3 procedimentos: (a) maceração direta dos grãos descascados em solução aquosa de bissulfito de sódio 0.2% e 0,01 M de cloreto de mercúrio, com posterior adição de tolueno/água nas proporções 1:4, 1:6, e 1:8 no leite bruto de amido. (b) maceração da farinha, (quebra + redução), como no caso (a) e (c) maceração da farinha como no caso (b) mas sem adição de tolueno. Nas figuras 5 e 6 apresentam-se os fluxogramas de extração de amido a partir de grãos e farinha de Adlay.

5.- Caracterização de amido

a.- Exame microscópio do amido: Forma, tamanho e microfotografia.

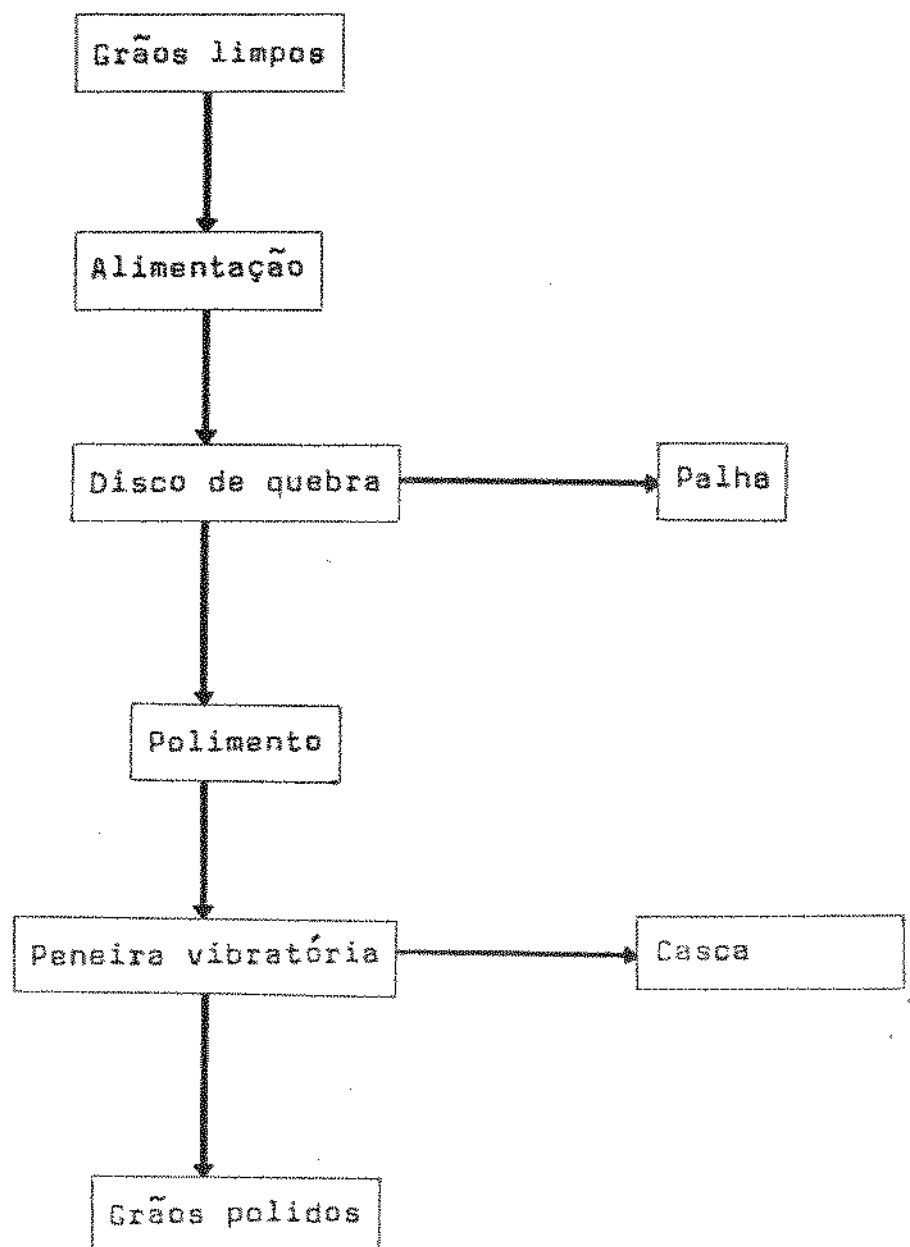


FIGURA 3 - Beneficiamento dos grãos de Adlay no moinho D'Andrea.

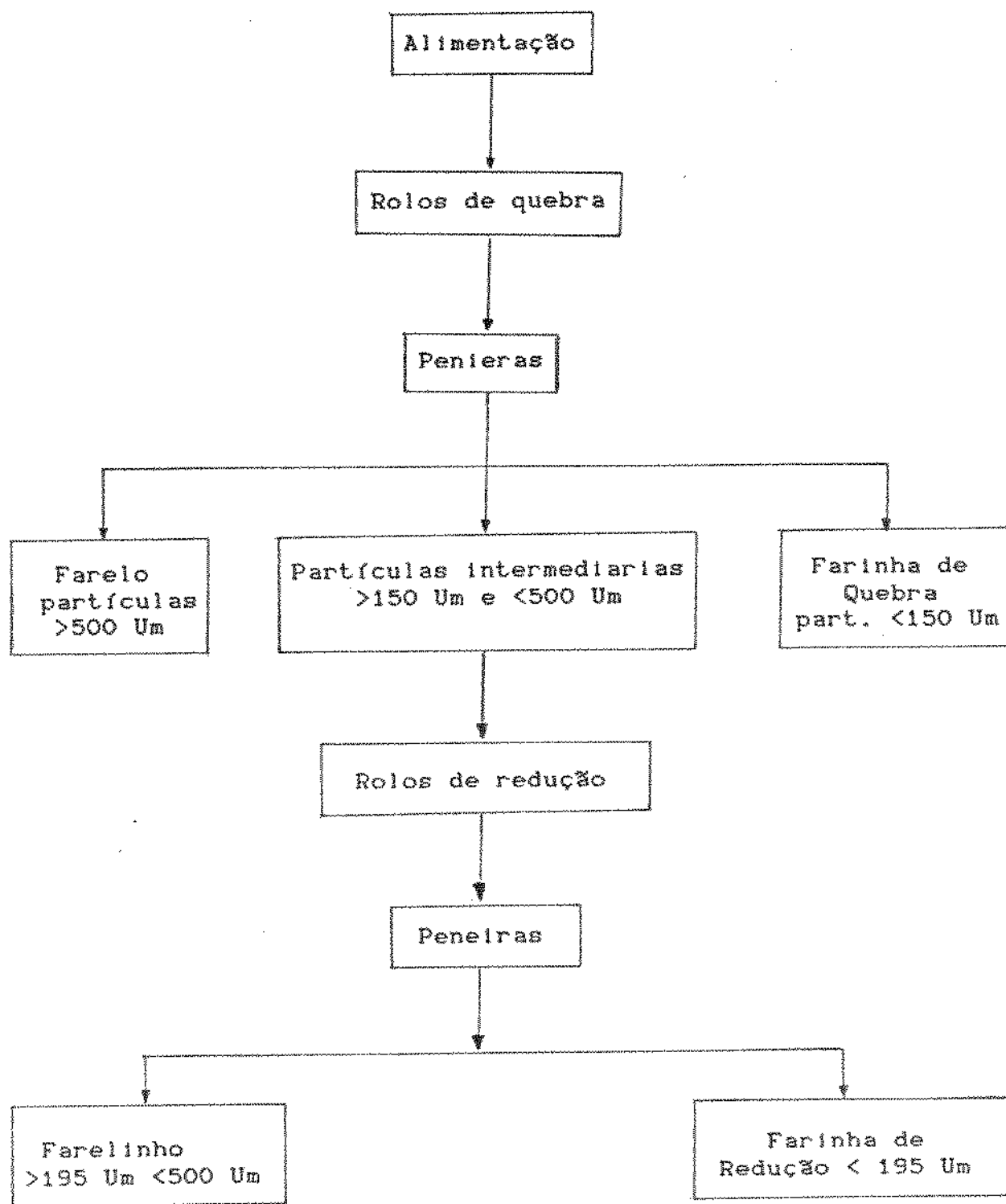


FIGURA 4 - Fluxograma da moagem dos grãos de Adlay no moinho brabender Quadrumat Senior.

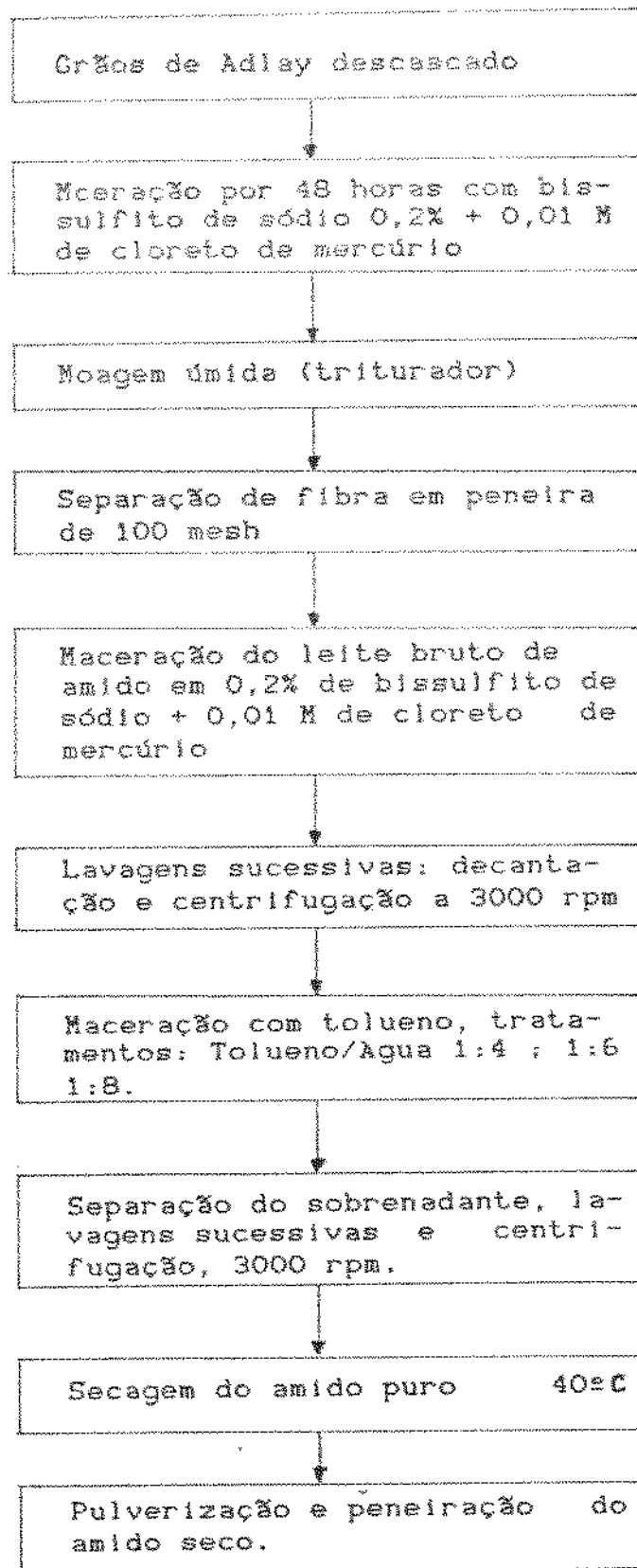


FIGURA 5 - Processo de extração de amido de Adlay por maceração direta dos grãos descascados

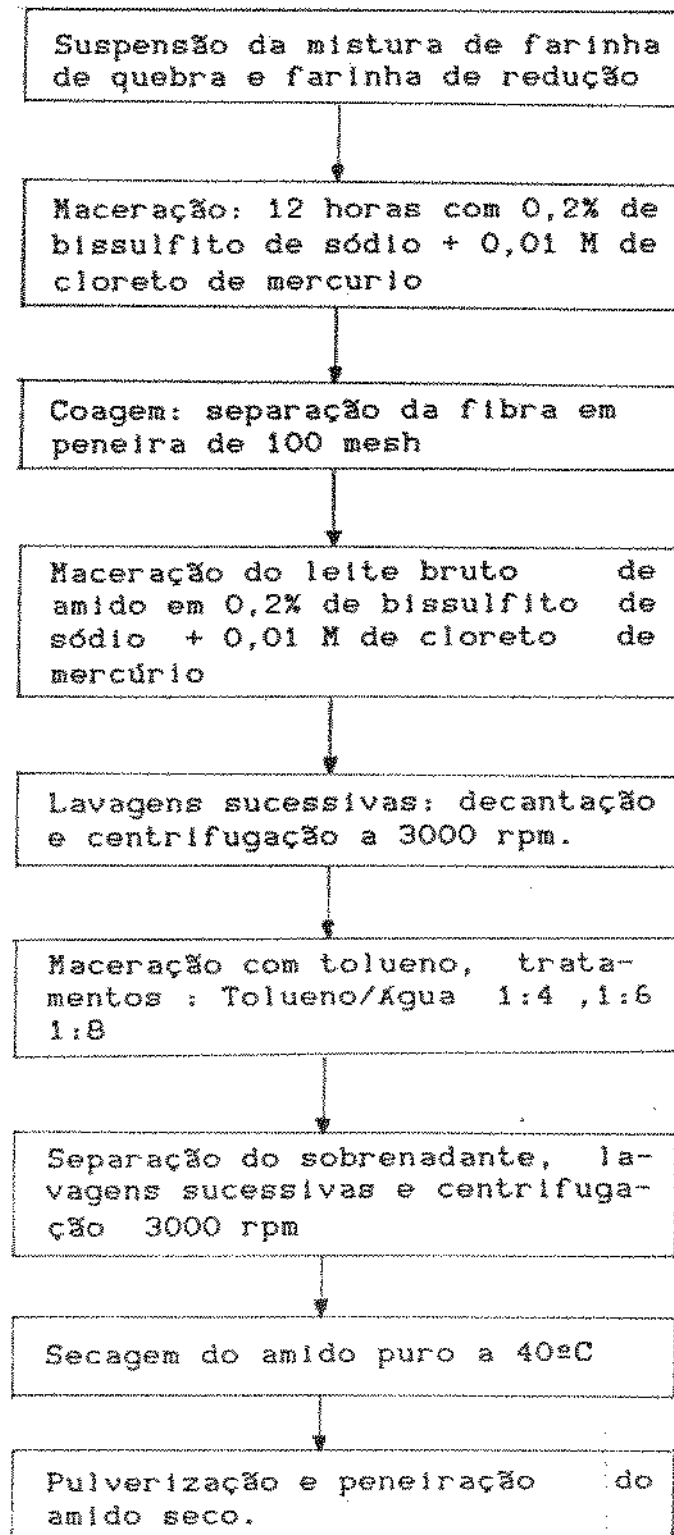


FIGURA 6 - Processo de extração de amido a partir de farinha de Adlay.

A forma e tamanho dos grânulos de amido foram determinados mediante o exame no microscópio Kofler, usando-se uma suspensão de amido em água a 1%. As ampliações utilizadas foram de 40 e 100 vezes do tamanho natural.

Microfotografia:

Pequena quantidade de amido de Adlay, obtido por extração conforme descrito na figura 6 ou obtido diretamente por corte manual da semente foi colocado sobre lâmina histológica e imerso em uma gota de uma solução de glicerol e álcool etílico (1:1), recoberta com lamínula e observada e fotografada ao microscópio óptico (Janamed Variant), com e sem polarização.

b.- Amido danificado

Na determinação do amido danificado seguiu-se a metodologia descrita por WILLIAMS & FEGOL (65). Foram usados: 1 grama de amido de Adlay e 25 ml de solução extratante : Formamida/sulfato de sódio, (a solução "stock" foi preparada com 400 g de sulfato de sódio e diluída em aproximadamente 1500 ml de água destilada, em seguida foi adicionado 300 ml de formamida e completou-se com água a 2 litros; a solução extratante é preparada a partir da solução "stock", dissolveu-se 2,0 g de ácido sulfo salicílico em um litro de solução "Stock". A extração foi feita à 50 °C por 15 minutos com agitação a intervalos de 5 minutos. Em seguida filtrou-se a solução através de papel de filtro, Nº 4, usando-se

celite como meio filtrante.

A uma alíquota de 10 ml da solução filtrada foi adicionado 0,5 ml de solução de iodeto de potássio diluído. Esta solução foi deixada em banho-maria à 30°C por 15 minutos e, a seguir a absorbância foi lida a 555 nm contra reagente branco.

Os valores de amido danificado foram expressos em Unidades Equivalente Farrand (UEF), foram determinados da equação de regressão:

$$X = 0,286 + 50,3 Y$$

Onde:

$$X = (\text{UEF})$$

Y = valor de absorbância.

c.- Densidade absoluta do amido

Na determinação da densidade absoluta usou-se o método de deslocamento líquido descrito por SCHOCH & LEACH (59) utilizando-se um picnômetro de 25 ml.

O frasco seco, previamente pesado, foi enchido com água destilada e mantido à 30°C por 15 minutos e pesado.

O volume do frasco foi determinado pela fórmula:

$$\text{Vol. frasco} = \frac{\text{peso da água}}{0,99567}$$

Onde 0,99567 é a densidade da água à 30°C.

Para se obter a densidade do xileno, repetiu-se a operação usando-se xileno no lugar de água.

Repetiu-se novamente a operação adicionando-se 5,00 gramas de amido em xileno. A densidade absoluta do amido foi determinada pela fórmula.

$$D = \frac{(a \times d)}{a + b - c}$$

Onde: D = Densidade absoluta do amido
 a = peso da amostra de amido (g)
 b = peso do frasco com xileno (g)
 c = peso do frasco com xileno e amido (g)
 d = densidade do xileno.

d.- Viscosidade intrínseca

Usou-se, basicamente, o método de LEACH (34), com algumas modificações. Uma grama de amido foi suspenso em água destilada (aproximadamente 75 ml) e colocado em ebulição por 30 minutos. Após resfriamento da suspensão (35°C), adicionou-se 20 ml de NaOH 5 N e diluiu-se para 100 ml.

Colocou-se o viscosímetro marca Cannon N° 50, na posição vertical em um banho de água à 35°C e mediu-se o fluxo do solvente (NaOH 1 N). A partir da suspensão original, foram preparadas várias concentrações da amostra para serem medidos seus fluxos em segundos. Calculou-se a viscosidade cinemática em centistokes através da fórmula:

$$V = kt - x$$

Onde: V = viscosidade cinemática

k = inclinação da relação linear em centistokes por segundo

x = intercepção negativa em centistokes no tempo zero

t = tempo em segundos.

Os dados para o viscosímetro N°50 são:

Tamanho do viscosímetro	Tempo de fluxo da água à 35°C (seg.)	constantes da equação	
		k	x
50	196,8	0,003727	0,0026

Descrição dos parâmetros de viscosidade usados:

- Viscosidade relativa (V_{rel}): Relação entre a viscosidade cinemática do amido no solvente e a viscosidade cinemática do solvente NaOH 1N (V/V_0); onde V = viscosidade do amido no solvente, V_0 = Viscosidade do solvente.
- Viscosidade específica (V_{esp}): É a viscosidade relativa menos um (1) ($V/V_0 - 1$)
- Viscosidade reduzida (V_{red}): É a viscosidade específica dividida pela concentração ($(V/V_0 - 1)/c$).
- Viscosidade inerente (V_{ine}): É o logaritmo natural da viscosidade relativa dividida pela concentração ($\ln V_{rel}/c$)

A viscosidade intrínseca foi calculada por três métodos diferentes, independente do método a viscosidade intrínseca foi obtida por extrapolação da viscosidade a concentração igual a zero:

1. Viscosidade reduzida (é a viscosidade específica dividida pela concentração) versus concentração:

$$\left[\frac{V \text{ esp.}}{c} \right] \quad c \longrightarrow 0$$

II.- Viscosidade inerente (logaritmo natural da viscosidade relativa dividida pela concentração) versus concentração:

$$\left[\frac{\ln V \text{ rel.}}{c} \right] \quad c \longrightarrow 0$$

III.- Viscosidade reduzida versus viscosidade específica:

$$\left[\frac{V \text{ esp.}}{c} \right] \quad V \text{ esp.} \longrightarrow 0$$

e.- Capacidade de absorção de água e índice de solubilidade em água.

A capacidade de absorção de água, assim como o índice de solubilidade do amido, foram determinados segundo a metodologia descrita por ANDERSON et al (3). Uma amostra de 2,5 g de amido

foi suspensa em 30 ml de água num tubo de centrifuga de 50 ml, previamente pesado. A suspensão foi mantida à 30°C por 30 minutos, sob agitação intermitente e posteriormente centrifugada a 3000 rpm por 10 minutos. O sobrenadante foi cuidadosamente separado e o resíduo foi pesado.

O sobrenadante foi evaporado em estufa à 105°C até peso constante. A capacidade de absorção de água (CAA) foi expressa como a relação entre o peso do resíduo da centrifuga e o peso seco da amostra, ao qual subtraiu-se o peso do resíduo da evaporação do sobrenadante:

$$CAA = \frac{\text{peso do resíduo da centrifugação}}{\text{peso seco da amostra} - \text{peso do resíduo da evaporação do sobrenadante}}$$

O índice de solubilidade em água (ISA) foi expresso como a relação entre o peso do resíduo da evaporação do sobrenadante e o peso seco da amostra:

$$ISA = \frac{\text{peso do resíduo de evaporação do sobrenadante} \times 100}{\text{peso seco da amostra}}$$

f.- Poder de inchamento e índice de solubilização

Neste teste foi utilizada a metodologia de LEACH et al

(35). Um g de amido (b.s.) foi transferido para um tubo de centrífuga, com tampa, previamente pesado. Foram adicionados 40 ml de água destilada e o tubo pesado novamente. A suspensão foi mantida em um banho de água com temperatura controlada por 30 minutos. O teste foi feito em temperaturas que variaram de 50 até 95°C, em intervalos de 5°C. Após o tempo de incubação, os tubos foram centrifugados e nele foram determinados os solúveis, tomando-se uma alíquota e evaporando-a em uma estufa à 105°C. O índice de solubilização (IS) foi determinado pela fórmula:

$$IS = \frac{\text{peso do resíduo após evaporação} \times 100}{\text{peso seco da amostra}}$$

O poder de inchamento (PI) foi dado pela fórmula:

$$PI = \frac{\text{peso do sedimento após centrifugação}}{\text{peso seco da amostra} - \text{peso do resíduo de evaporação do sobrenadante}}$$

g.- Birrefringência

Uma gota de suspensão de 0,2% de amido em água foi colocada em uma lâmina de microscópio. A suspensão foi circundada por óleo mineral e coberta por lamínula. A preparação foi coloca-

da no suporte do microscópio Xeflar, com controle para aumentar a temperatura em 2°C/minuto. Foram determinadas as temperaturas onde 5%, 50% e 95% dos grânulos de amido perderam sua birrefringência, (60).

h.- Reação com iodo

Este teste foi feito a partir de uma solução de iodo e iodeto de potássio segundo a metodologia descrita por WILLIAMS & FEGOL (65).

A um tubo contendo 15 ml de uma suspensão 1% de amido de Adlay gelatinizado foi adicionada 1 ml de solução de Iodo/Iodeto de potássio e verificada a mudança de cor visualmente.

O mesmo teste foi feito com amido de milho ceroso e amido de milho comercial, para fins de comparação.

i.- Determinação Iodométrica de amilose: "Blue Value"

Utilizou-se a metodologia descrita por McCREAY & HAS-SID (43). A amostra foi preparada pesando-se 600 mg de amido desengordurado, o qual foi dissolvido em 0,5 ml de etanol e 100 ml de NaOH 0,5 N. A um tubo contendo 0,5 ml NaOH 1N foi adicionado 1,0 ml de amostra previamente preparada. Em seguida a mistura foi aquecida em banho-maria a ebulição por 3 minutos, resfriando-se em seguida. Foi adicionado então 0,5 ml de HCl 1N e 20 ml de solução à 4% de bitartarato de potássio, completando-se com água destilada a 45 ml aproximadamente. Adicionou-se em seguida 0,5

ml de solução de iodo (dissolveu-se 0,2 g de iodo sublimado e 2,0 g de iodeto de potássio em 100 ml de água destilada) e finalmente completou-se a 50 ml com água destilada. A solução foi agitada e após 20 minutos foi feita a leitura da absorbância a 680 nm.

O "Blue Value" foi determinado pela fórmula:

$$\text{"Blue Value"} = \frac{\text{Absorbância} \times 4}{\text{concentração (mg/dl)}}$$

No mesmo comprimento de onda determinou-se o "Blue Value" da amilose pura, cujo valor foi considerado 100%

j.- Determinação da cristalinidade por raios-X

Amostras de amido de Adlay, (obtido segundo procedimento "b"), milho ceroso, (obtido segundo procedimento "a" sem adição de tolueno) e milho normal (comercial), foram utilizadas para determinação da cristalinidade por raios-X

Os difractogramas de raios-X foram feitos usando-se uma unidade Phillips PW-1140 com radiação de Cu linha alfa K, $\lambda = 1,5422 \text{ \AA}$ (monocromador de LiF). A velocidade de varredura foi de 1° (ângulo) por minuto e as condições de uso foram 40 Kv e 20 mA.

k.- Fracionamento de amido

Seguiu-se o método descrito por MONTGOMERY & SENTI

(45). Foram adicionados 20 g de amido desengordurado a um litro de água destilada e 10 ml de solução tampão, (pH 6,0 - 6,3). Aqueceu-se à 80°C com agitação magnética contínua, por 15 minutos e resfriou-se à temperatura ambiente em banho de gelo. A seguir a suspensão foi centrifugada à 2000 rpm por 30 minutos e o sobrenadante separado*. No precipitado foi repetido por duas vezes o mesmo procedimento acima até conseguir purificar toda a amilopectina, a qual foi tratada com metanol e agitada em misturador por 4-5 segundos; após decantação, separou-se o metanol e novamente repetiu-se o tratamento com o precipitado. Finalmente o precipitado foi filtrado a vácuo, lavado com metanol e secado à 40 °C por 12 horas.

Ao sobrenadante*, previamente separado (amilose em suspensão) foi adicionada 250 ml de n-butanol e submetido a agitação por 5 horas a temperatura ambiente, em seguida centrifugado à 2000 rpm por 30 minutos.

1.- Características de gelatinização e retrogradação

1.- Propriedades de pasta de amido

Foi seguida a metodologia descrita por MAZUR et al (41). A viscosidade da pasta foi determinada pelo viscoamilógrafo Brabender, com cartucho de sensibilidade de 700 cmg, e os resultados expressos em Unidades Amilográficas (U.A.). As propriedades de pasta foram determinadas em suspensões de 5, 6, 7 e 8% de amido (14% de umidade) em água destilada.

A temperatura inicial de 25°C foi aumentada gradualmente a 1,5°C/minuto, até a temperatura final de 95°C, permanecendo nesta temperatura por 20 minutos.

O resfriamento foi feito também gradualmente em 1,5°C/minuto, até temperatura final de 50°C

Os parâmetros utilizados para interpretação dos amilogramas (gráfico da viscosidade x tempo) foram:

- Temperatura inicial de formação de pasta.-

É a temperatura em °C calculada em base do tempo de funcionamento do amilógrafo (1,5°C/min.), correspondente ao ponto onde se inicia a formação da curva no amilograma.

- Temperatura de viscosidade máxima.-

É a temperatura em °C calculada com base no tempo de funcionamento do amilógrafo, correspondendo ao ponto mais alto da curva do amilograma.

- Viscosidade máxima.-

É o valor da viscosidade no ponto máximo da curva em Unidades Amilográficas (U.A.).

- Viscosidade mínima à temperatura constante.-

É o menor valor de viscosidade em Unidades Amilográficas, obtida durante os 20 minutos a temperatura constante de 95°C.

- Viscosidade final no ciclo de resfriamento (50°C).

é o valor da viscosidade em Unidades Amilográficas, após ter atingido a temperatura de 50°C, no ciclo de resfriamento.

11.- Transmittância óptica do gel

Foi utilizada a metodologia de WILSON et al (66) com algumas modificações.

Uma suspensão de 0,1% de amido em um volume total de 500 ml de água destilada foi colocada no viscoamilógrafo Brabender na velocidade de 75 rpm e temperatura inicial de 25°C, com aquecimento controlado de 1,5°C/minuto.

A partir de 40°C e a cada 5 minutos até temperatura de 95°C, foram retiradas 2 amostras de 10 ml para as medidas da transmittância óptica do gel à 625 nm; As leituras foram feitas imediatamente após a retirada da amostra e após o resfriamento à temperatura ambiente (24-26°C) por aproximadamente 30 minutos.

Foram relacionados os valores da transmittância óptica do gel de amido de Adlay com as temperaturas num gráfico de coordenadas e comparados com os de amido de milho normal, nas mesmas condições.

iii.- Efeito do congelamento e descongelamento no gel de amido

Foi usada a metodologia citada por ALBRECHT et al (1), com algumas modificações.

Uma suspensão de amido de Adlay em água (7%,p/v) foi colocada no viscoamilógrafo Brabender e aquecida na taxa de 1,5°C/minuto a partir de 25°C até 95°C, com agitação contínua de 75 rpm.

O gel formado foi colocado em 16 tubos, fechados e divididos em dois grupos de oito e deixados em um congelador à -2°C. No primeiro grupo, a cada 24 horas um tubo foi retirado, descongelado em água fervente por 20 minutos, centrifugado a 3000 rpm por 15 minutos, sendo determinada a quantidade de água eliminada (em peso), a qual foi relacionada com o tempo. No segundo grupo, de 24 em 24 horas, todos os tubos foram descongelados em água fervente por 20 minutos e um deles centrifugado e determinado a quantidade de água eliminada, os outros (7 tubos) novamente colocados no congelador, repetindo-se a operação a cada 24 horas. Após os ciclos de congelamento-descongelamento, relacionou-se o teor de água eliminado (em peso) versus tempo.

iv.- Efeito do pH nas pastas de amido

Foram preparadas soluções tampão de ácido cítrico e fosfato de sódio com valores de pH de 3,0 ; 4,0 ; 5,0 ; 6,0 ; 7,0 e 8,0. Estas soluções foram utilizadas para preparar suspen-

sões com 7% de amido (p/v). Nestas suspensões foram determinadas as características de viscosidade no viscoamillógrafo Brabender conforme descrito anteriormente no item 5.1.1.

v.- Efeito de açúcares nas pastas de amido

- Efeito de sacarose

A uma suspensão de amido à 7% (base 14% de umidade) foram adicionadas sacarose nas concentrações de 10, 20, 40 e 60% em relação ao teor de amido. A suspensão foi colocada no viscoamillógrafo Brabender e foram determinadas as características de viscosidade.

- Efeito de glicose

O efeito de glicose nas pastas de amido de Adlay foi determinado adicionando-se 2, 6, 18 e 30 % de glicose, com base no teor de amido, conforme descrito no item anterior.

vi.- Efeito de cloreto de sódio nas pastas de amido

Seguiu-se o mesmo procedimento usado para o efeito de açúcares, porém as concentrações usadas foram de 2, 3, 4 e 6 % de cloreto de sódio.

IV. - RESULTADOS E DISCUSSÃO

A. - CARACTERIZAÇÃO DA MATÉRIA PRIMA.

A caracterização do cereal Adlay foi feita através da determinação de suas características físicas e químicas.

1. - Caracterização física.

No Quadro 4 são mostradas as características físicas do Adlay, as quais podem ser melhor visualizadas na fotografia 1.

2. - Composição química

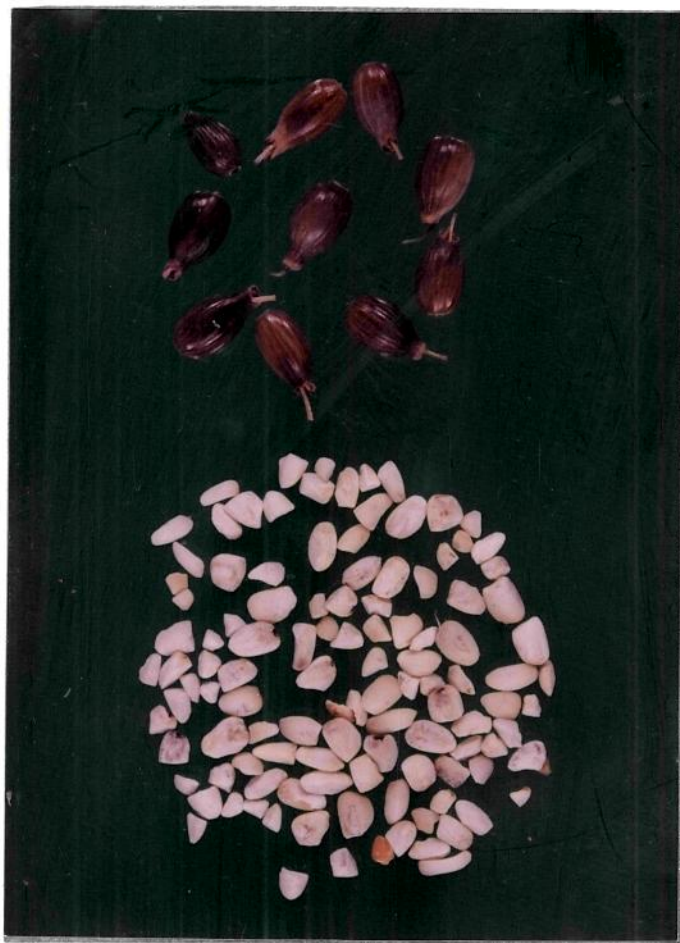
A composição química do Adlay utilizado neste estudo está apresentada no Quadro 5. Estes resultados são semelhantes àqueles encontrados na literatura, (4, 39, 40). Conforme observado no Quadro, o Adlay tem um teor de proteínas considerado relativamente alto para um cereal. Por outro lado o alto teor de carboidratos justifica o estudo do amido deste cereal.

3. - Corte histológico da semente

A estrutura interna do grão de Adlay é mostrada nas fotos 2 e 3. Na fotografia 2 mostra-se o corte histológico da semente de Adlay, observada em microscópio sob luz polarizada onde verificam-se as diferentes camadas que compõe a semente: a ca-

Quadro 4.- Características físicas dos grãos de Adlay*

Côr	marrom
Tamanho:	
Comprimento	9,0 mm
Espessura	4,6 mm
Largura	5,2 mm
Peso de 1000 grãos	88 g
Peso hectolitro	47,8 kg/hl
Número de grãos por grama :	11
Peso médio do grão:	0,11 g
* Grãos com casca.	



FOTOGRAFIA 1 - Grãos do cereal Adlay (Coix lacryma Jobi L.)
integral e descascado.

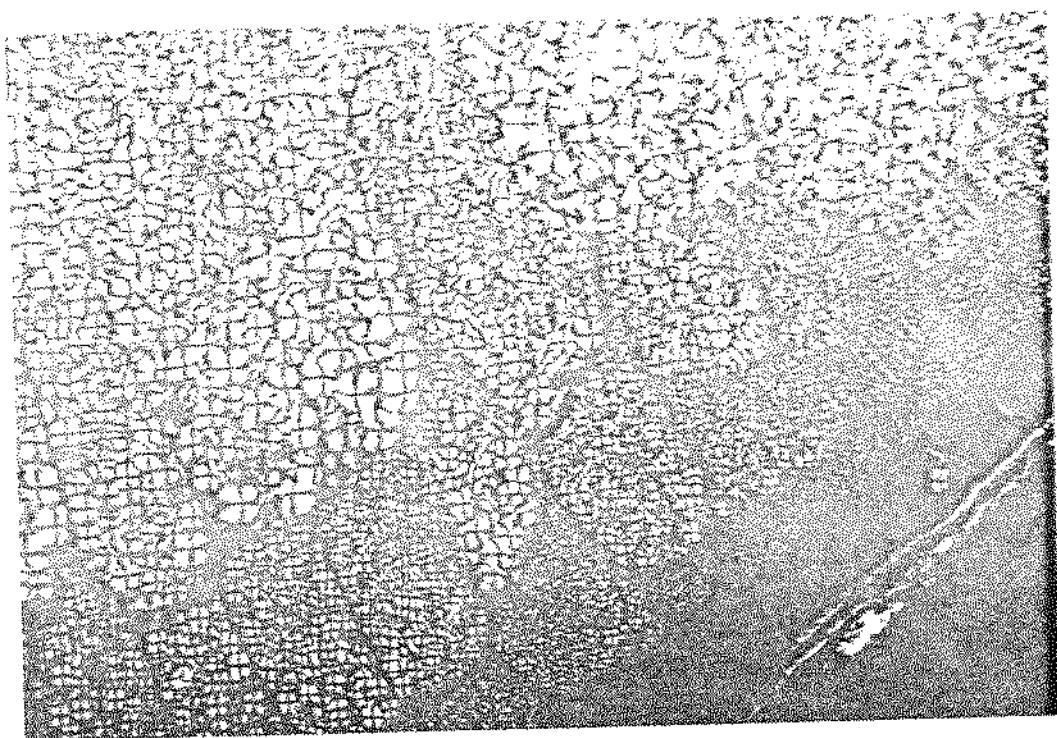
Quadro 5.- Composição química dos grãos de Adlay *

(% base seca)

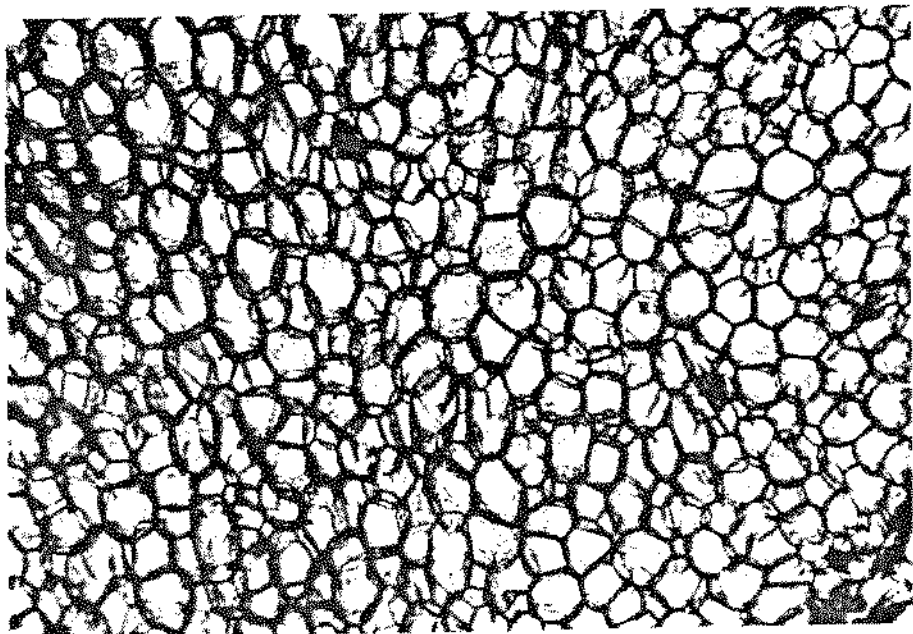
Componentes	Porcentagem
Proteína	16,82
Lipídios	5,80
Cinzas	2,39
Fibra crua	5,48
Carboidratos **	69,51

* Três determinações.

** Calculado por diferença



FOTOGRAFIA 2 - Corte histológico hidratado do endosperma de Adlay observado sob luz polarizada. Os grânulos de amido ocupam toda a área celular. Notar que os grânulos de amido, pertencentes às células dispostas na periferia do endosperma da semente são de menor diâmetro, assim como as células que os contém. (240X)



FOTOGRAFIA 3 - Corte histológico, corado por azul de metileno, do tecido da semente (embrião) esvasiado do conteúdo celular, demonstrando as paredes perfuradas por orifícios numerosos e regulares. (120 X)

mada externa de aleurona, formada por células periféricas menores que as células subjacentes, as do endosperma. A observação do amido ainda inserido dentro das células do endosperma e sob luz polarizada, demonstra que, na periferia do endosperma, localizam-se os grãos de menor diâmetro, consoante com o menor tamanho das células que os contêm. Em direção ao interior do endosperma, as células e os grânulos de amido são maiores, apresentando o dobro ou o triplo de diâmetro em relação aqueles da periferia. A foto 2 evidencia também a cruz de malta na posição central de todos os grânulos de amido.

Na fotografia 3 mostra-se em detalhe a parede celular do embrião, livre do conteúdo celular. Este tecido inserido dentro da semente apresenta as paredes perfuradas, próprio de um tecido sujeito a intensa mobilização de seu conteúdo, sendo neste caso, análogo a um cotilédone de leguminosa.

O tratamento dos cortes histológicos da semente de Adlay por Sudan IV mostrou que a porção lipídica destas sementes distribui-se em gotículas finas e homogêneamente dispersas dentro do conteúdo celular, ou seja, dada a intensa presença dos grânulos de amido, as porções lipídicas distribuem-se sobre as superfícies dos grânulos e sobre a face interna das paredes celulares.

O tratamento dos cortes histológicos por lugol revelaram que o endosperma (maior área da semente) não possuía amilose, mas na região intermediária deste com o embrião e sobretudo no embrião, no eixo hipocótilo/radícula, nítidos e numerosos grânulos azuis, demonstraram a presença de amilose.

B.- BENEFICIAAMENTO E MOAGEM.

Os grãos descascados no moinho de marca D'Andrea apresentaram condições ótimas de separação da casca, ficando os grãos ,relativamente livres das camadas mais externas, principalmente do farelo, que devido a sua forte pigmentação confere cor escura a farinha. Os menores rendimentos no processo de beneficiamento foram de aproximadamente 35%.

1.- Rendimento da moagem

Os rendimentos da moagem no sistema de rolos do moinho Brabender são mostrados no Quadro 6.

O rendimento em farinha foi baixo, da ordem de 53,97%., devido provavelmente à dureza do grão. Pode-se visualizar também que o teor de farelinho foi alto em relação à farinha de quebra e redução.

2.- Análises granulométricas das frações.

A fim de verificar a distribuição do tamanho das partículas das farinhas de quebra e redução foi feito o teste granulométrico num classificador de partículas com 4 peneiras.Os resultados obtidos são apresentados no Quadro 7

Das diferentes frações obtidas, a farinha de quebra mostrou 70,24% das partículas menores que 0,210 mm, enquanto que a farinha de redução apresentou 46,65% das partículas inferiores

Quadro 6.- Rendimentos em moagem dos grãos de Adlay.*

Fração	Porcentagem
Farinha de redução	36,43
Farinha de quebra	17,54
Farelo	3,81
Farelinho	42,22

* Três determinações.

Quadro 7.- Granulometria das frações de moagem de Adlay.

Frações da	% de partículas retidas				
	Peneiras (abertura em mm)				
	Nº 40 (0,420)	Nº 50 (0,297)	Nº 70 (0,210)	Nº 100 (0,149)	fundo
Quebra	1,20	10,20	18,36	35,13	35,11
Redução	0,26	6,00	47,09	43,14	3,51
Farelo	93,18	3,30	1,77	0,87	0,88
Farelinho	0,42	7,93	50,08	38,80	2,77

à 0,210 mm e 47,09% inferiores à 0,297 mm. Já que a semente utilizada teve um teor de farelo muito baixo (3,81%) , o farelinho apresentou características de cor e granulometria semelhante à farinha de redução, podendo por tanto ser utilizado como farinha. Com a finalidade de melhorar ainda o rendimento, o farelinho foi novamente moído, sem conseguir significativa diminuição de partículas.

C. - EXTRAÇÃO DE AMIDO.

No Quadro 8 são apresentados os rendimentos obtidos a partir de diferentes processos de extração, cor e teores de proteína e lipídios presentes no amido.

Analisando-se o Quadro 8, verifica-se que em termos de rendimento de amido não houve diferença significativa entre os diferentes processos de extração usados. Observa-se também uma diminuição nos teores de proteínas e lipídios residuais no amido, após sua extração a partir da farinha quando tratados com tolueno/água na proporção 1:8.

A figura 7 evidencia a relação da proporção de tolueno/água na extração de proteína e lipídios no isolamento do amido de Adlay. Quando a extração de amido foi feita sem adição de tolueno (processo c) as taxas de proteínas e lipídios residuais no amido extraído foram mais altas, 6,2% e 1,5% respectivamente.

É importante relatar que durante a maceração com tolueno, nos processos a e b, logo após a agitação contínua e decantação do material formou-se uma fase sobrenadante, que foi descartada.

Quadro 8 .- Rendimento de amido obtido a partir de diferentes processos de extração, cor e teores de proteína e lipídios presentes no amido.

Tipo de processo	Rendimento (%)	cor do amido	Proteína** (%)	Lipídios (%)
(a) Extração do amido por maceração direta dos grãos - descascados, usando-se tolueno/água na proporção (v/v) de:				
1 : 4	43,2	creme	2,5	1,70
1 : 6	44,5	creme	2,2	1,70
1 : 8	43,0	creme	1,7	1,60
(b) Extração de amido a partir de farinha*, usando-se tolueno/água na proporção (v/v) de :				
1 : 4	44,5	creme	3,1	1,24
1 : 6	44,5	branca	1,2	1,14
1 : 8	44,9	branca	0,5	0,89
(c) Processo semelhante a (b) sem adição de tolueno	43,9	creme	6,2	1,50

* Farinha de quebra + farinha de redução

** Fator de conversão N X 6,25

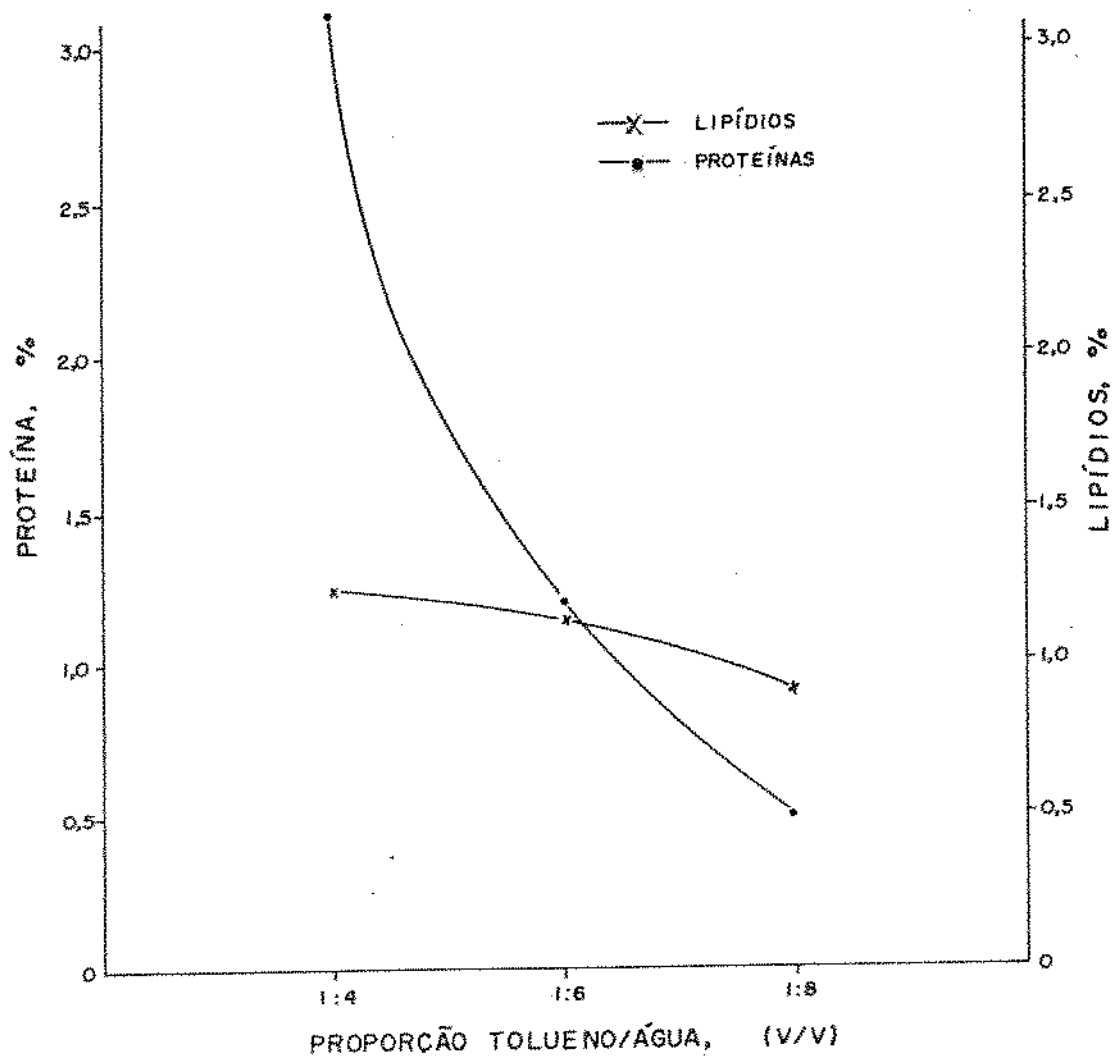


FIGURA 7 - Efeito da concentração de tolueno (processo de extração "b") no teor de proteínas e lipídios no amido.

Provavelmente, grande parte do complexo proteína-tolueno e também alguns grânulos de amidos danificados foram retirados nessa fase, já que a análise do conteúdo de proteína desta fração foi de 10,85%.

Os Testes de extração foram feitos usando as três frações: primeiro, a mistura da farinha de quebra + redução; segundo, a mistura das três frações :farinha de quebra + redução + farelinho. O farelinho, mesmo tendo tamanhos de partículas similares aos da farinha de redução, não proporcionou aumento no rendimento na extração do amido.

D.- CARACTERIZAÇÃO DO AMIDO.

O amido usado na caracterização foi obtido pelo processo de extração (b) usando-se Tolueno/água (v/v) na proporção 1:8.

1.- Composição química.

No Quadro 9 encontra-se a composição química do amido de Adlay. Os dados obtidos são similares aqueles encontrados na literatura (4, 39, 40) para amido de milho normal, milho ceroso, trigo, batata e mandioca onde o conteúdo de proteína varia normalmente entre 0,1 e 0,5%. O teor de cinzas e lipídios do amido de Adlay foi ligeiramente mais alto que os dados reportados na literatura, em relação aos amidos acima citados, com teores de cinzas e lipídios variando de 0,1 à 0,3 % e 0,1 à 0,7 % respectivamente.

Quadro 9 .- Composição química do amido de Adlay (base seca)
obtido pelo processo (b).

Componentes	Porcentagem
Amido	96,81
Proteína *	0,50
Lipídios	0,89
Cinzas	0,63
Fibra crua	0,98

* Fator de conversão N X 6,25

2.- Forma, tamanho, microfotografias

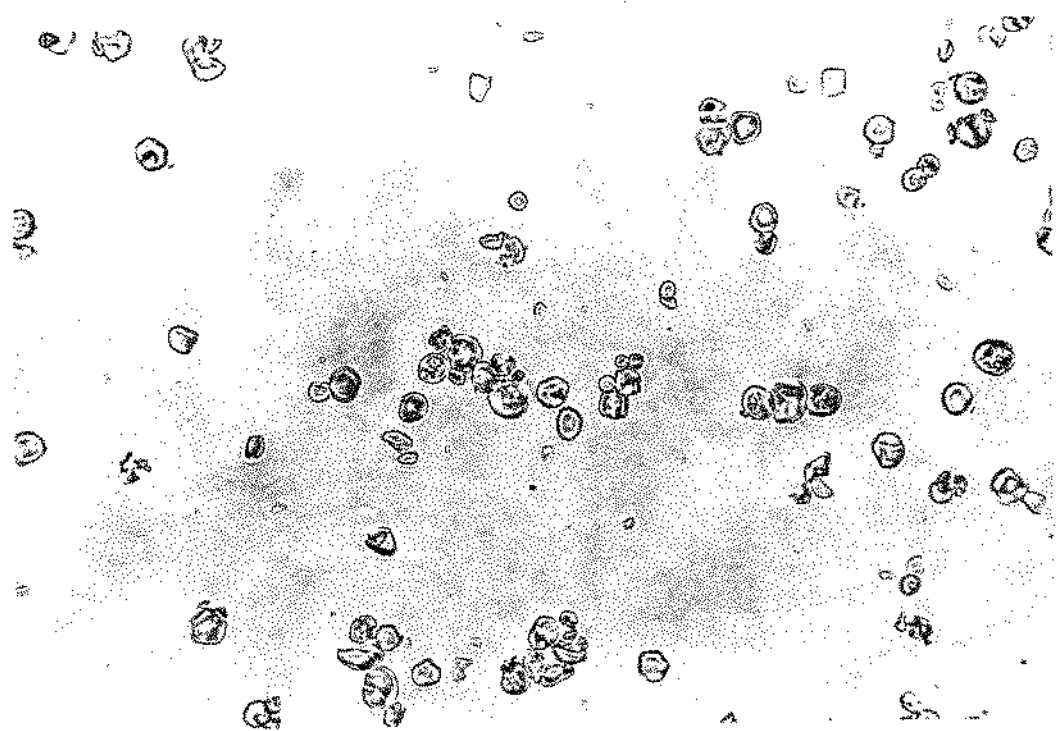
O amido de Adlay, observado no microscópio óptico, apresenta forma arredondada ou esférica, ou ainda com regiões achatadas, denotando-se uma depressão central. Não ocorre diferença de forma marcante entre o amido observado diretamente no grão com aquele do amido extraído pelo processo b, conforme mostrado nas fotografias 4 e 5.

O Quadro 10 demonstra que os grânulos de amido de Adlay são pequenos, com tamanhos que variam de 1,2 a 3,5 micra, sendo que aproximadamente 60% dos grânulos apresenta diâmetro entre 2,1 e 2,6 micra. A literatura (37, 48) reporta que a maioria dos amidos situam-se entre 2 a 100 micra.

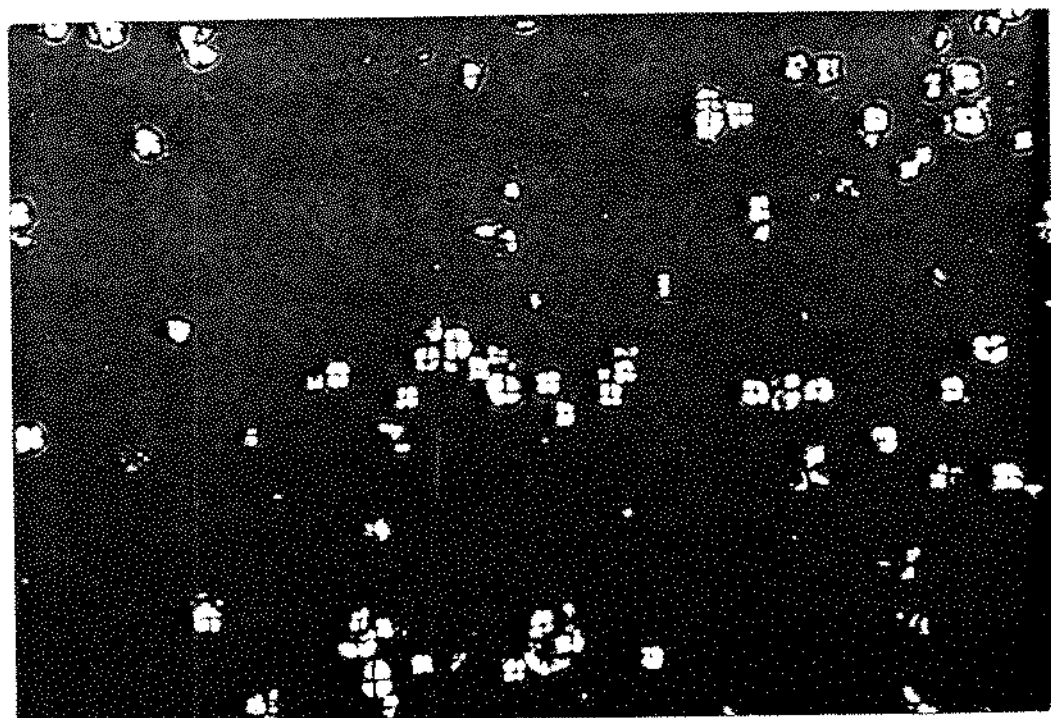
3.- Amido danificado.-

Na determinação de amido danificado pelo método de WILLIAMS & FEGOL (65), no amido extraído, foram encontrados valores de 1,2 (UEF). Estes valores podem ser considerados baixos, quando comparados com amidos procedentes de diferentes variedades de trigo e com o amido de milho (18), que apresentam de 2,3 a 12,2 e 2,8 (UEF), respectivamente.

Este valor baixo de amido danificado, é devido provavelmente ao próprio procedimento de extração do amido, o qual envolve uma série de lavagens sucessivas.



FOTOGRAFIA 4 - Amido observado no microscópio óptico demonstrando característica forma esférica e achatada com depressão central (240 X).



FOTOGRAFIA 5 - Amido observado sob luz polarizada demonstrando conservação da estrutura pela formação da cruz de malta em todos os grânulos. (240 X)

Quadro 10.- Distribuição percentual do tamanho dos grânulos de Amido de adlay.

Diâmetro (micra)		Percentual de distribuição
1,2	a 2,0	24
2,1	a 2,6	59
2,7	a 3,5	17
Média aritmética * = 2,271		
Variança = 0,270		
Desvio padrão = 0,522		

* Média de 100 observações

4.- Densidade absoluta.-

A densidade absoluta, obtida por deslocamento líquido, foi de 1,4793 g/ml. Este valor situa-se dentro da faixa média descrita na literatura para a maior parte dos amidos, variando de 1,4209 à 1,5495 g/ml (37).

5.- Birrefringência

No Quadro 11 encontram-se as temperaturas de perda de birrefringência do amido observado no microscópio Kofler. Aproximadamente de 3 a 5% dos grânulos de amido perdem sua birrefringência a 68°C. A perda de birrefringência é praticamente total a 75°C. SCHOCH & MAYWALD (60) reportaram dados obtidos no mesmo microscópio para amido de milho normal, milho ceroso, sorgo ceroso, sendo que a temperatura inicial de perda de birrefringência foi à 62, 63 e 67°C respectivamente e a perda total da birrefringência foi à 72, 72 e 74°C, respectivamente. De acordo com esses dados o amido de Adlay estaria situado aproximadamente na faixa correspondente a do sorgo ceroso (67-74 °C).

Quadro 11.- Temperatura da perda de birrefringência do amido de Adlay, observado no microscópio Kofler

Temperatura (°C)	Porcentagem da perda (%)
68	3 a 5
72	45 a 50
75	95 a 100

6.- Viscosidade intrínseca.-

O Quadro 12 apresenta os dados encontrados na determinação da viscosidade cinemática usando o viscosímetro marca Cannon Nº 50, enquanto que os parâmetros para o cálculo da viscosidade intrínseca são encontrados no Quadro 13.

A viscosidade intrínseca foi obtida pela média de valores encontrados nas relações A e B do Quadro 14, desprezando-se a relação C, já que o valor encontrado foi discrepante dos demais. Esta viscosidade intrínseca foi de 1,3257 dl/g .

A viscosidade cinemática do solvente NaOH 1N foi de :
 $V_0 = 0,8956$ centistokes (tempo de fluxo 241 segundos)

Na figura B apresenta-se a extrapolação a zero da relação viscosidade versus concentração, na determinação da viscosidade intrínseca do amido de Adlay.

Se comparamos estes dados com os reportados na literatura para outros cereais, a viscosidade intrínseca do amido de Adlay seria inferior aos de amido de aveia e trigo, porém aproximaria-se à viscosidade intrínseca encontrada para amilopectina de milho normal, a qual encontra-se na faixa de 1,17 a 1,35 dl/g.

7.- Capacidade de absorção de água (CAA) e índice de solubilidade em água (ISA).

A CAA do amido de Adlay em água fria foi de 119,2%, valor este que pode ser considerado alto quando comparado com ou-

Quadro 12.- Relação entre concentração e tempo de fluxo na viscosidade (V) do amido de Adlay *

Concentração de amido (%)	Tempo Fluxo (segundos)	Viscosidade cinemática (centistokes)
0,4	411	1,5292
0,3	356	1,3242
0,2	312	1,1602
0,1	281	1,0447

* No cálculo da viscosidade cinemática (centistokes) foram usadas as constantes da equação de calibração correspondentes ao viscosímetro Nº 50 : $V = k t - x$; $k = 0,003727$, $x = 0,0026$, segundo LEACH (34).

Quadro 13.- Parâmetros para o cálculo da viscosidade intrínseca do amido de Adlay.

Concentração (g/100) (c)	Viscosidade Relativa V/V_0	Viscosidade Específica $V/V_0 - 1$	Viscosidade Reduzida $\frac{V/V_0 - 1}{c}$	Viscosidade Inerente $\frac{\ln V/V_0}{c}$
0,4	1,7075	0,7075	1,7686	1,3376
0,3	1,4786	0,4786	1,5953	1,3037
0,2	1,2954	0,2954	1,4770	1,2941
0,1	1,1665	0,1665	1,6650	1,5398

Quadro 14.- Viscosidade Intrínseca do amido de Adlay

Relação A	Relação B	Relação C
$\left[\frac{V_{Sp}}{c} \right]_c \rightarrow 0$	$\left[\frac{\ln V_{rel.}}{c} \right]_c \rightarrow 0$	$\left[\frac{V_{Sp}}{c} \right]_{V_{Sp} \rightarrow 0}$
Equação: A		
Y = 0,4291 X + 1,5192 ; Correlação : 0,4523		
Equação: B		
Y = 0,560 X + 1,3220 ; Correlação : 0,8920		
Equação: C		
Y = 1,064 X - 1,3190 ; Correlação : 0,5547		
Viscosidade Intrínseca : 1,3257 dl/g.		

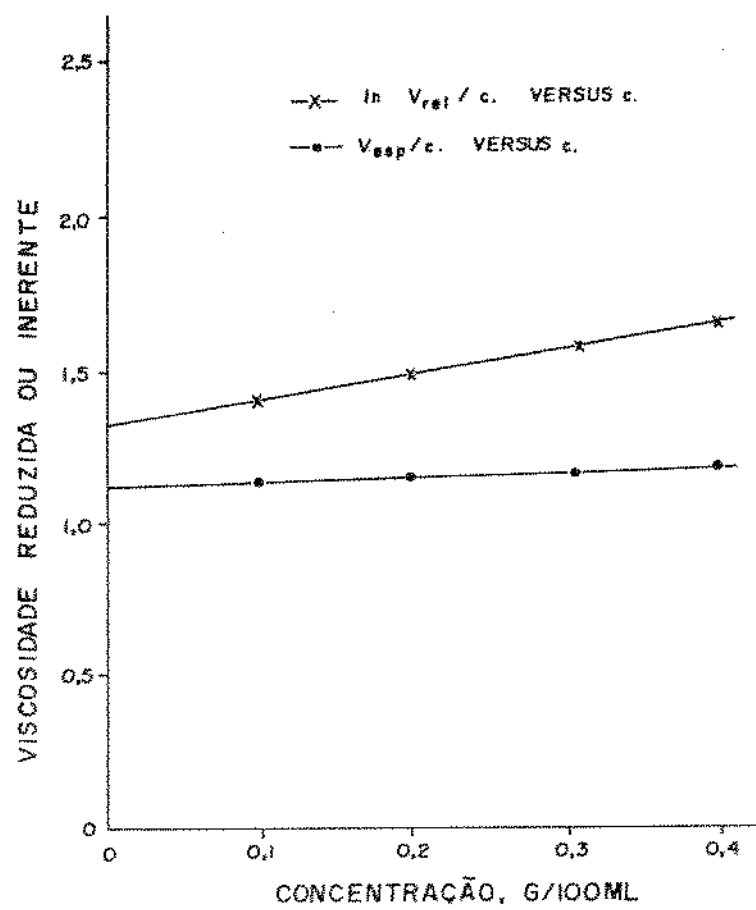


FIGURA 8 - Determinação de viscosidade intrínseca de amido de Adlay.

tros amidos (BERREY et al (9), McARTHUR & D'APPOLONIA (42) e MEDCALF & GILLES (44) os quais reportam que a capacidade de absorção de água de amidos de diferentes variedades de trigo estão por volta de 80 a 100%. O ISA do amido de Adlay foi de somente 0,09%. Este valor estaria de acordo com os baixos valores de amido danificado encontrado para este amido, tendo em vista o método de isolamento do amido.

8.- Poder de inchamento (PI) e índice de solubilização (IS) à diferentes temperaturas.

O poder de inchamento e o índice de solubilização em diferentes temperaturas são apresentados nas figuras 9 e 10

Através da figura 9, verifica-se que o poder de inchamento do amido de Adlay aumentou lentamente com a temperatura até 70°C, aumentando rapidamente a partir dessa temperatura. Este fato sugere que a maior parte das forças que mantêm a estrutura dos grânulos de amido são homogêneas porém são rompidas a temperaturas altas. Segundo LEACH & SCHOCH (36) esta estrutura depende do tipo e grau de associação intermolecular existente entre os componentes do amido. LINEBACK (38), BADENHUIZEN (6) por sua vez, constatarem que a nível molecular, muitos fatores podem afetar o grau de associação, forma, composição, e distribuição das zonas cristalinas, destacando-se entre estes fatores a proporção de amilose e amilopectina, peso molecular, grau de ramificação, conformação e extensão das cadeias externas de amilopectina.

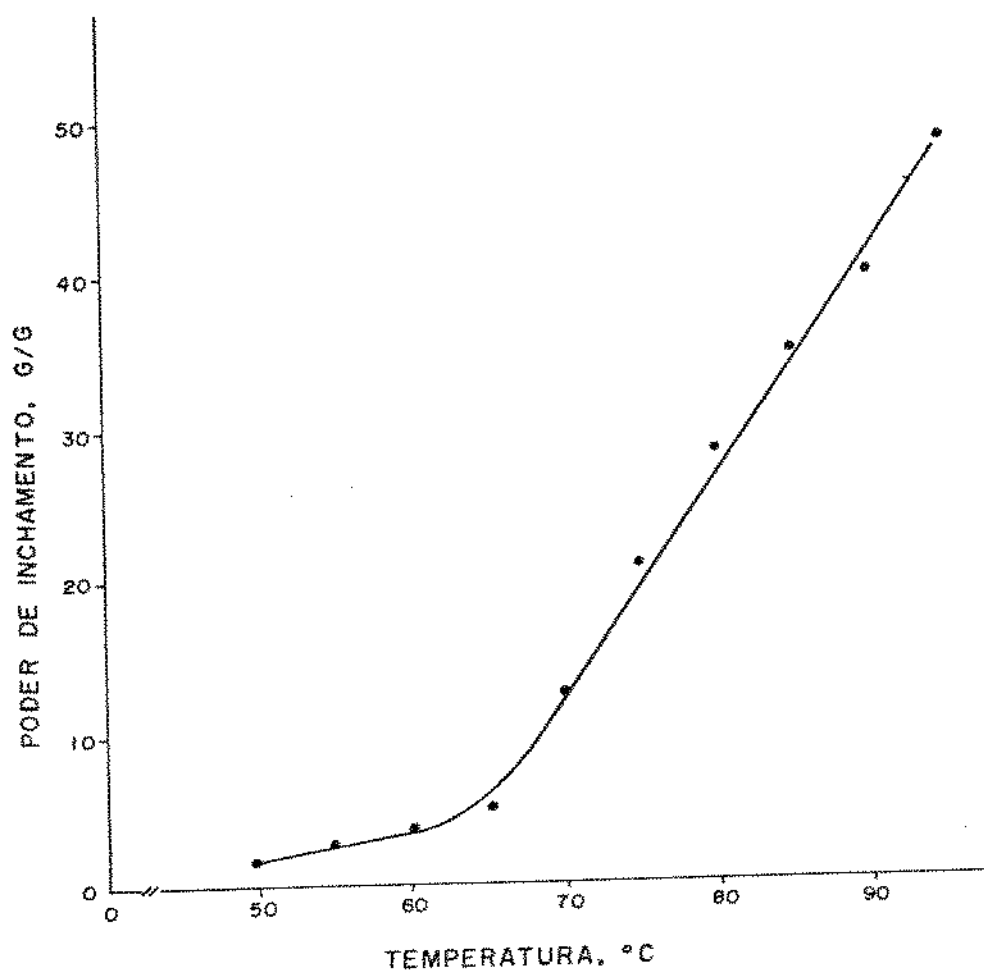


FIGURA 9 - Relação entre temperatura e o poder de inchamento no amido de Adlay.

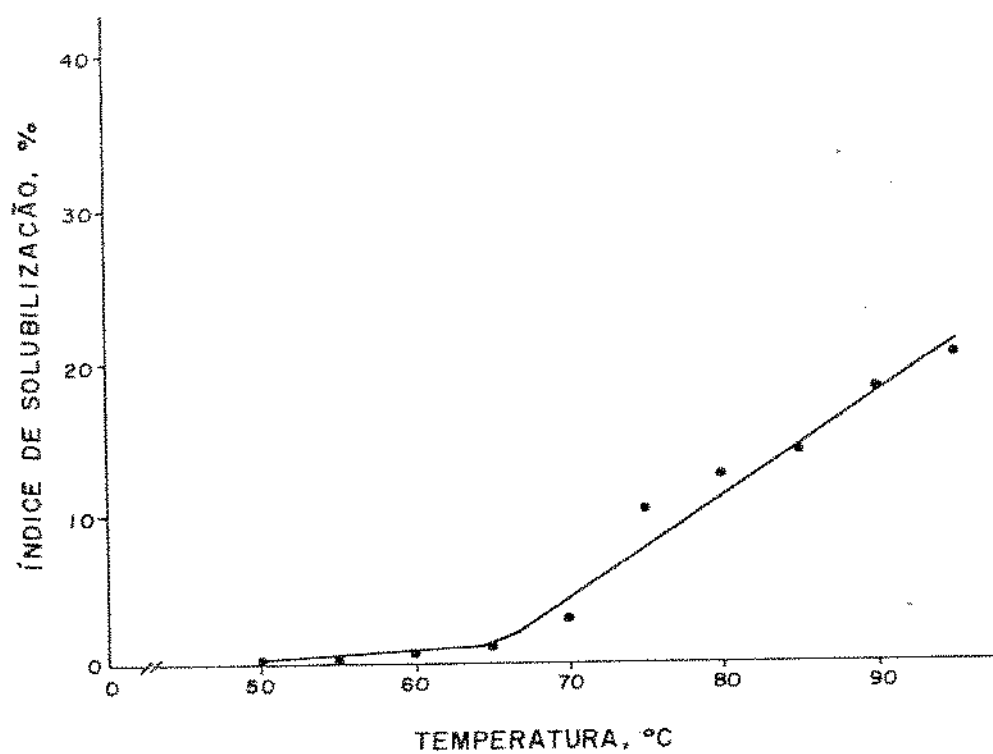


FIGURA 10 - Relação entre temperatura e índice de solubilização no amido de Adlay.

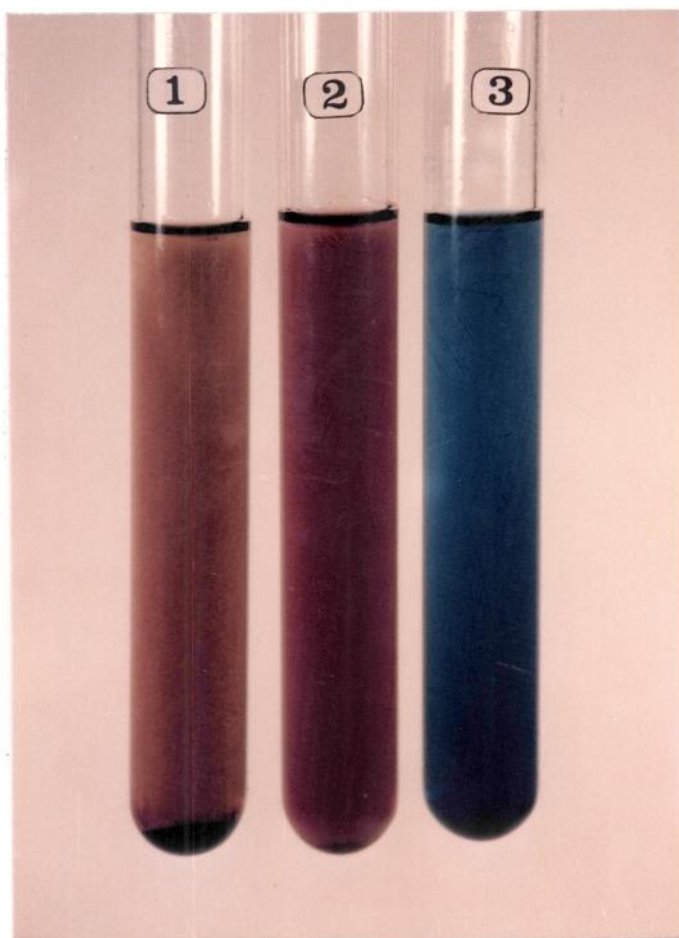
Verifica-se também na figura 9, que o poder de inchamento do amido de Adlay a 95°C atingiu 48,35 valor relativamente alto quando comparado com o dos outros cereais. Segundo HARRIS & JESPERSON (28) foram encontrados os valores do PI do amido de trigo à 95°C de 32,1 e o do milho normal, de 29,4, inferiores ao valor de 64 obtido para o amido de milho ceroso.

Na figura 10 verifica-se a relação entre a temperatura e índice de solubilização do amido de Adlay. Observa-se que o incremento da solubilização manifesta-se a partir de 65-67°C, atingindo 20,81% de solubilidade à 95°C. Este valor de solubilidade encontra-se próximo a os dados reportados na literatura para amido de milho normal e ceroso, 25 e 23 % respectivamente, e para o sorgo, cujo valor reportado é de 22%.

Verifica-se através dos dados de PI e IS que o amido de Adlay precisa de uma energia térmica relativamente alta para romper as ligações que mantêm a integridade do grânulo, mas uma vez atingida essa temperatura, a solubilização e inchamento são rápidos, porém limitados.

9.- Reação com iodo

A fotografia 6 mostra as diferentes colorações obtidas da reação dos amidos de milho ceroso, de Adlay e milho normal com iodo. Nota-se que o amido de Adlay apresentou uma coloração marrom escura, similar à encontrada no amido de milho ceroso, constituído praticamente por amilopectina, porém contrastando com o amido de milho normal, que apresentou coloração azul intenso. Es-



FOTOGRAFIA 6 - Tubos mostrando a coloração da reação com iodo dos amidos de milho ceroso (1), Adlay (2) e milho normal (3)

tes resultados sugerem que o amido de Adlay tem características de amido ceroso que é constituído praticamente por amilopectina. De acordo com BRAVERMAN (11) , a amilose, devido a sua estrutura helicoidal, forma um complexo azul com o iodo, o que não ocorre com a amilopectina.

10.- Fracionamento de amido

O método de MONTGOMERY & SENTI (45) utilizado para o fracionamento do amido de Adlay, baseia-se nas precipitações sucessivas de amilopectina e amilose com n-butanol e metanol, respectivamente. Para a precipitação de amilose com n-butanol é necessário a presença de quantidades razoáveis de amilose. Assim no fracionamento realizado não foi conseguida a precipitação de amilose para o amido de Adlay. Com base nos resultados obtidos da reação com iodo, já se esperava que o amido de Adlay tivesse muito pouca amilose, o que foi confirmado durante o fracionamento deste amido.

11.- Determinação iodimétrica de amilose ("Blue Value").

No Quadro 15 são apresentados os resultados obtidos na determinação de amilose por meio do "Blue Value" (BV), as quais confirmam as explicações sugeridas na reação com iodo e no fracionamento do amido, ou seja que o amido de Adlay tem características de amido ceroso.

Quadro 15.- Determinação Iodométrica de amilose no amido de Adlay.

Amostra	Concentração	Absorbância	B.V.*	Amilose %
Amido de Adlay	24 mg/dl	0,193	0,0322	2,32
Amilose pura de batata	1 mg/dl	0,350	1,3871	100

* "Blue Value".

12.- Determinação da cristalinidade por raios-X

No Quadro 16 apresentam-se os dados de distância em Angstrom (A), entre os planos cristalinos, obtidos nos difractogramas de raios-X do amido de Adlay (figura 11), milho ceroso e milho normal. Os cálculos das distâncias entre os planos cristalinos foi feito utilizando a ley de Bragg (EL-HINNAVY et al 21); Através da seguinte ecuação:

$$d = \frac{L}{2 \text{ Sen } \theta}$$

Onde : d = distância entre os planos cristalinos, (A)

L = longitude de onda = 1,5422 A

θ = valor do ângulo de difração

As leituras dos valores angulares foram feitas na faixa de 10° a 28°, considerando a parte mais alta dos picos resolvidos.

Pode-se observar que os difractogramas apresentam o padrão A, típico de amido de cereais. Os difractogramas de amido de Adlay com e sem tratamento com tolueno na extração não apresentam modificações na resolução de picos, nem mesmo as distâncias entre os planos cristalinos.

Quadro 16.- Distâncias entre os planos cristalinos tomados dos difractogramas de raios-X dos amidos de Adlay, milho normal e milho ceroso.

Amido	Ângulo 2θ	Distância (Ångstrom)
Amido de Adlay sem tratamento com tolueno na extração.	15,00	5,90
	17,00	5,20
	17,90	5,01
	23,20	3,91
Amido de Adlay, tratado com to- lueno na extração	15,00	5,90
	17,00	5,20
	19,90	5,01
	23,20	3,91
Amido de milho comercial	15,00	5,90
	17,00	5,20
	17,90	5,01
	22,80	3,90
Amido de milho ceroso	15,00	5,90
	17,00	5,20
	18,00	4,93
	23,00	3,87

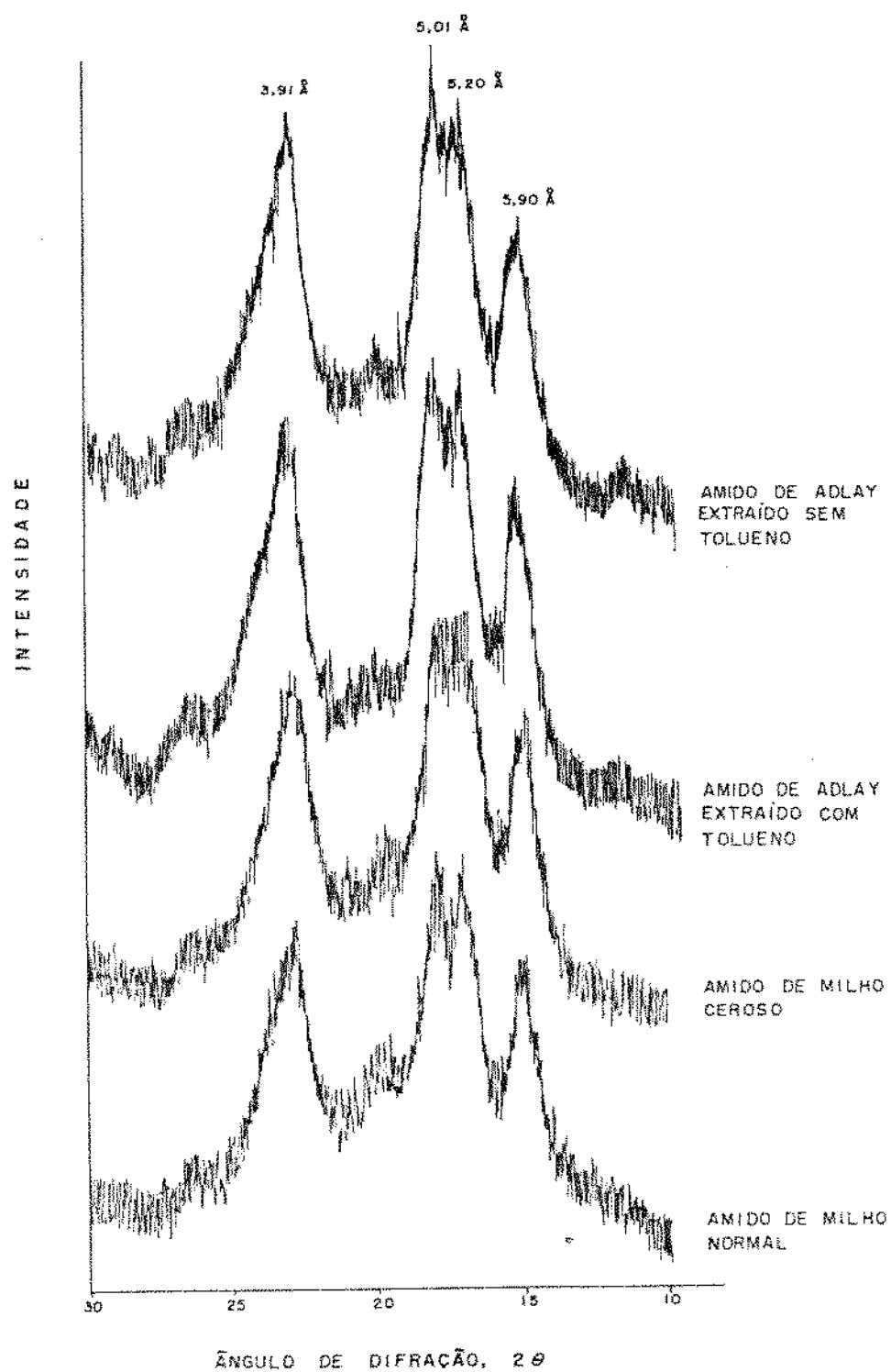


FIGURA 11 - Difractogramas de raios-X dos amidos de Adlay, milho ceroso e milho normal.

13.- Características de gelatinização do amido de Adlay

a.- Propriedades de pasta

A viscosidade de pasta dos amidos está relacionada com a concentração da suspensão pois é uma medida da dificuldade para a movimentação dos grânulos.

No Quadro 17 apresentam-se os parâmetros de interpretação dos amilogramas de amido de Adlay a diferentes concentrações. Pode-se observar que a concentração do amido não altera a temperatura de formação de pasta e modifica ligeiramente a temperatura de viscosidade máxima a partir de 6%. A viscosidade máxima no ciclo de aquecimento aumenta conforme o aumento da concentração do amido, no entanto, a viscosidade no ciclo de resfriamento não é sensivelmente mudada com o aumento da concentração.

A figura 12 mostra o efeito da concentração nas propriedades de pasta do amido de Adlay. Após atingir a temperatura inicial de formação de pasta, a viscosidade aumenta rapidamente até um máximo e posteriormente decresce rapidamente até atingir, à 95°C, aproximadamente a metade da viscosidade máxima.

No período de temperatura constante à 95°C observa-se pequenos decréscimos de viscosidade.

Durante o início da fase de resfriamento, a viscosidade desce muito lentamente, evidenciando-se um pequeno incremento de viscosidade, (aproximadamente da ordem de 40 a 60 U.A.) ao atingir 50°C.

Quadro 17.- Características de viscosidade de amido de Adlay em varias concentrações.

Parâmetros de Viscosidade	Concentração (% - p/v)			
	5	6	7	8
Temperatura inicial de formação de pasta (°C)	71,5	71,5	72,0	71,5
Temperatura de viscosidade máxima (U.A.)	73,0	74,5	75,0	74,5
Viscosidade máxima (UA)	520	600	700	890
Viscosidade mínima a temperatura constante (U.A.)	240	240	300	340
Viscosidade máxima no ciclo de resfriamento (U.A.)	280	280	330	380

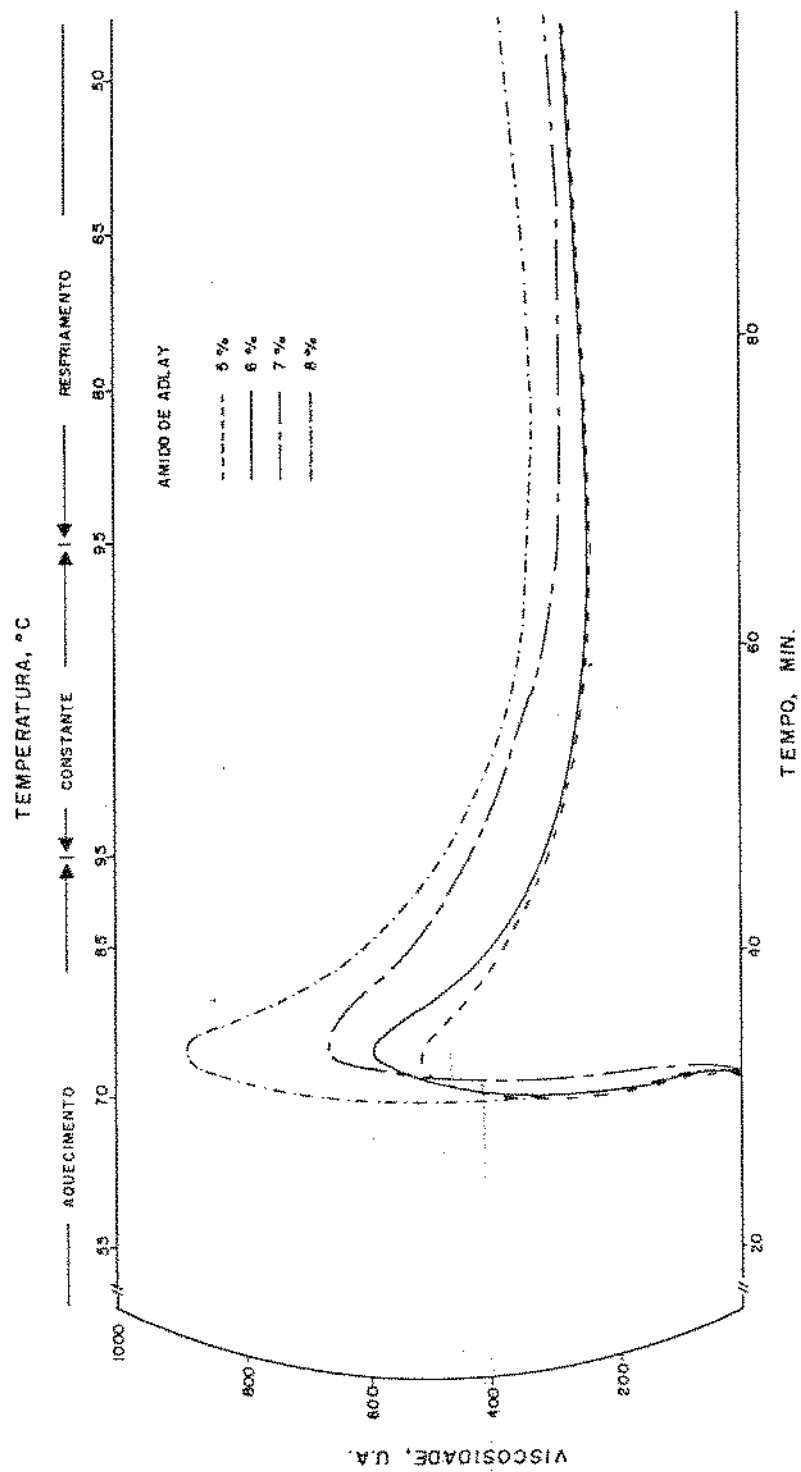


FIGURA 12 - Efeito da concentração nas características de viscosidade do amido de Adlay.

O incremento rápido de viscosidade e decréscimo da mesma, atribui-se, provavelmente, às forças que mantêm a estrutura do grânulo de amido de Adlay serem homogêneas ; como consequência disto, este amido tem pouca resistência a ação mecânica durante o período de agitação a temperatura constante ($95^{\circ}\text{C} \times 20$ minutos).

O Quadro 18 mostra a correlação linear entre a temperatura durante o ciclo de resfriamento (92 à 50°C) e a viscosidade do amido de Adlay nas concentrações de 5, 6, 7 e 8 % ; podendo-se observar um alto coeficiente de correlação.

Comparando-se o amido de Adlay com amido de milho ceroso em nas concentrações de 6,7 e 8% verificou-se que o comportamento das curvas viscoamilográficas dos 2 amidos apresentam algumas tendências similares : verificou-se que o amido de milho ceroso tem os valores da viscosidade máxima ligeiramente superiores aos do amido de Adlay; nos estagios restantes o comportamento é bastante parecido, como pode-se verificar na figura 13.

No Quadro 19 estão expressos os parâmetros viscoamilográficos do amido de milho ceroso os quais apresentam algumas características semelhantes aos do amido de Adlay. No Quadro 20 estão expressos os valores de correlação linear entre a temperatura e viscosidade, durante o ciclo de resfriamento, do amido de milho ceroso em três concentrações. Verifica-se também um alto coeficiente de correlação, inclusive superior ao de amido de Adlay nas concentrações 7 e 8%. Na figura 14 apresentam-se as curvas do viscoamilógrafo comparativos do amido de Adlay e milho ceroso, em diferentes concentrações.

Quadro 18.- Correlação linear entre a temperatura (durante o ciclo de resfriamento) e a viscosidade do amido de Adaly, em diversas concentrações.

Concentração		Retrogradação 92±C à 50±C	
(% - p/v)	Equação	Correlação	
5	$Y = - 1,289 X + 340,3$	- 0,96	
6	$Y = - 1,408 X + 356,3$	- 0,94	
7	$Y = - 1,359 X + 399,3$	- 0,90	
8	$Y = - 1,388 X + 453,6$	- 0,89	
Y = Viscosidade em Unidade Amilográficas		---	X = Temperatura em °C.

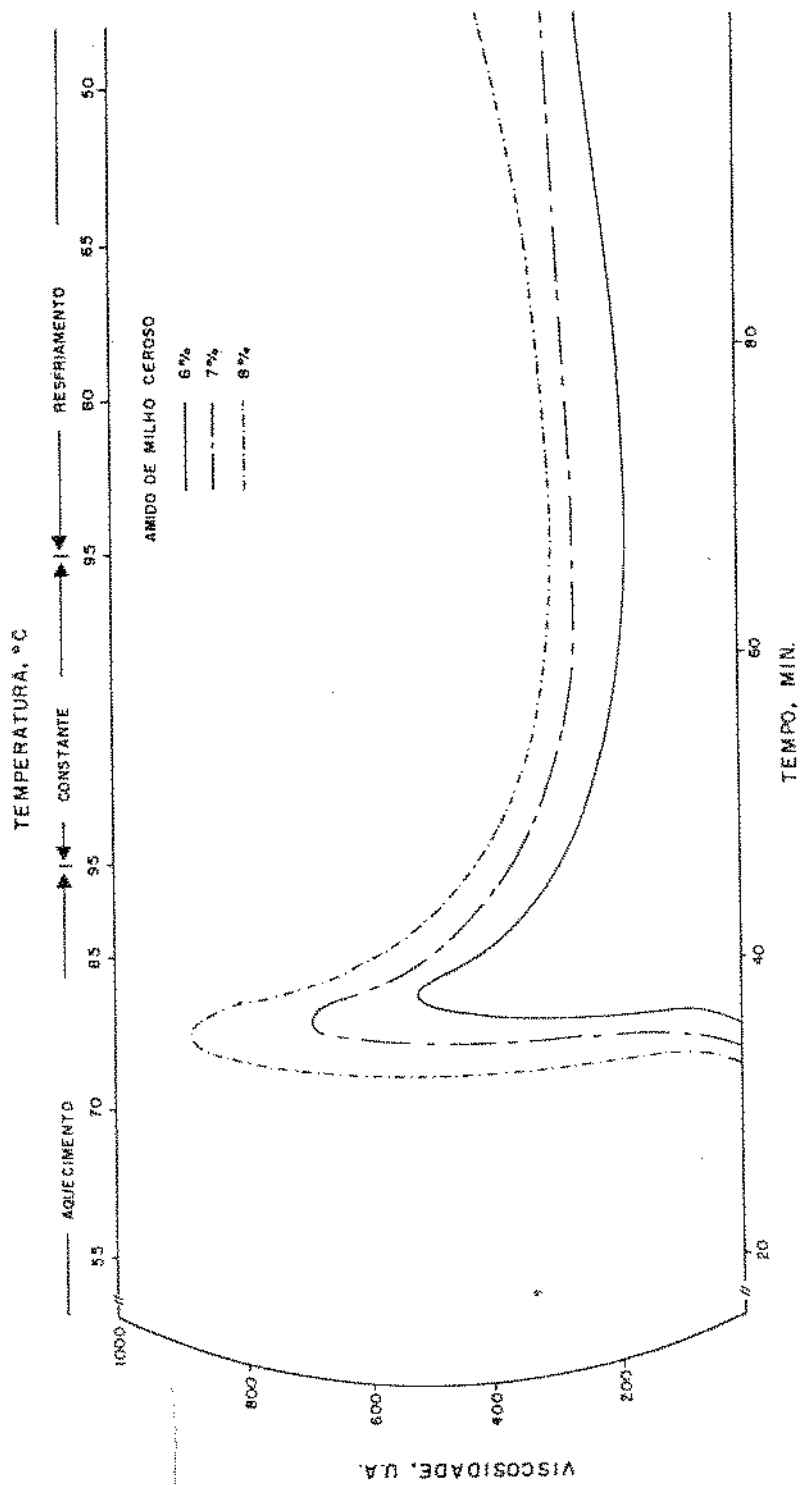


FIGURA 13 - Efeito da concentração nas características de viscosidade do amido de milho ceroso.

Quadro 19.- Parâmetro viscoamilográficos do amido de milho
ceroso à concentrações de 6, 7 e 8%.

Parâmetros de viscoamilográficos	Concentração (% - p/v)		
	6	7	8
Temperatura inicial de formação de pasta (°C)	77,5	75,0	73,5
Temperatura de visco- sidade máxima (U.A.)	80,5	78,5	77,5
Viscosidade máxima (UA)	520	690	900
Viscosidade mínima a Temperatura constante (U.A.)	190	270	300
Viscosidade máxima no ciclo de resfriamento (U.A.)	240	280	400

Quadro 20.- Correlação linear entre a temperatura (durante o ciclo de resfriamento) e a viscosidade do amido de milho ceroso em três concentrações.

Concentração do amido.		Retrogradação 92° à 95°C.	
(% - p/v)	Equação	Correlação	
6	$Y = - 0,942 X + 273,8$	- 0,85	
7	$Y = - 0,617 X + 300,0$	- 0,98	
8	$Y = - 2,321 X + 521,1$	- 0,98	
Y = Viscosidade em Unidades Amilográficas		X = Temperatura em °C.	

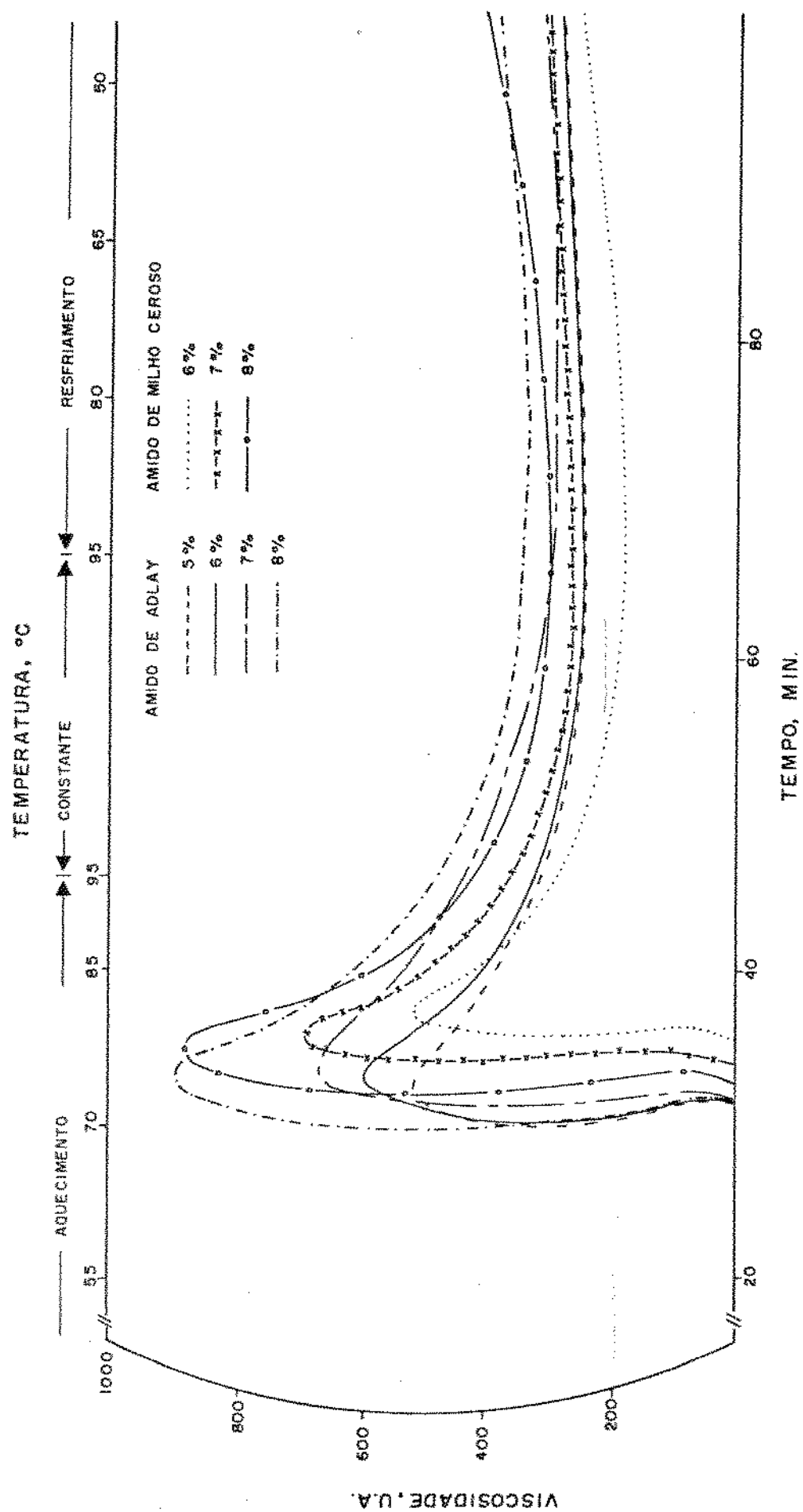


FIGURA 14 - Efeito comparativo das características de viscosidade da pasta de amido de Adlay e milho ceroso em diferentes concentrações.

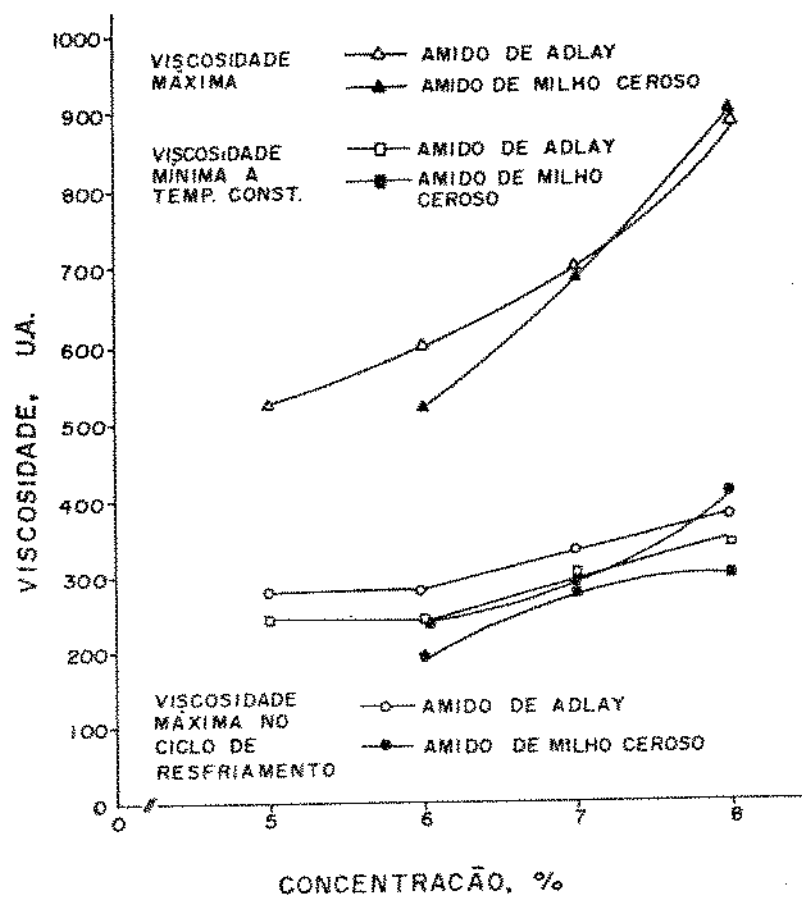


FIGURA 15 - Curvas comparativas de viscosidade nos ciclos de aquecimento e resfriamento dos amidos de Adlay e milho ceroso a diferentes concentrações.

Na figura 15 comparam-se as viscosidades máxima, à temperatura constante 95°C e no ciclo de resfriamento dos amidos de Adlay e milho ceroso a diferentes concentrações.

b.- Efeito da concentração hidrogeniônica nas propriedades de pasta

Na figura 16 mostram-se os viscoamilogramas de pastas de amido de Adlay a diferentes pHs. A viscosidade máxima em todos os pHs é sempre menor que a da suspensão de amido sem ajuste de pH (natural); porém, as diferenças são pequenas, mesmo a pH 8 onde a viscosidade máxima foi a menor, conforme mostrado no Quadro 21. A temperatura inicial de pasta aumenta gradativamente a partir do pH natural (4,6) até o pH 7, acontecendo o mesmo com a temperatura de viscosidade máxima, mostrando que houve algumas restrições ao inchamento com a mudança do pH. Verifica-se também que houve reduções na viscosidade mínima a temperatura constante (95°C) principalmente nos pHs 3 e 8. Estas alterações, de modo geral, são esperadas quando se muda o pH natural do amido. Em meio ácido ocorre hidrólise das frações rompendo a estrutura micelar do grânulo de amido e em meio alcalino, observa-se desestabilização das pontes de hidrogênio. De uma maneira geral as mudanças observadas nas características do amido de Adlay em função do pH não foram marcantes e podemos concluir que este amido apresenta alguma resistência à variação do pH.

No Quadro 22 apresentam-se os dados de correlação linear entre a temperatura durante o ciclo de resfriamento e viscosidade

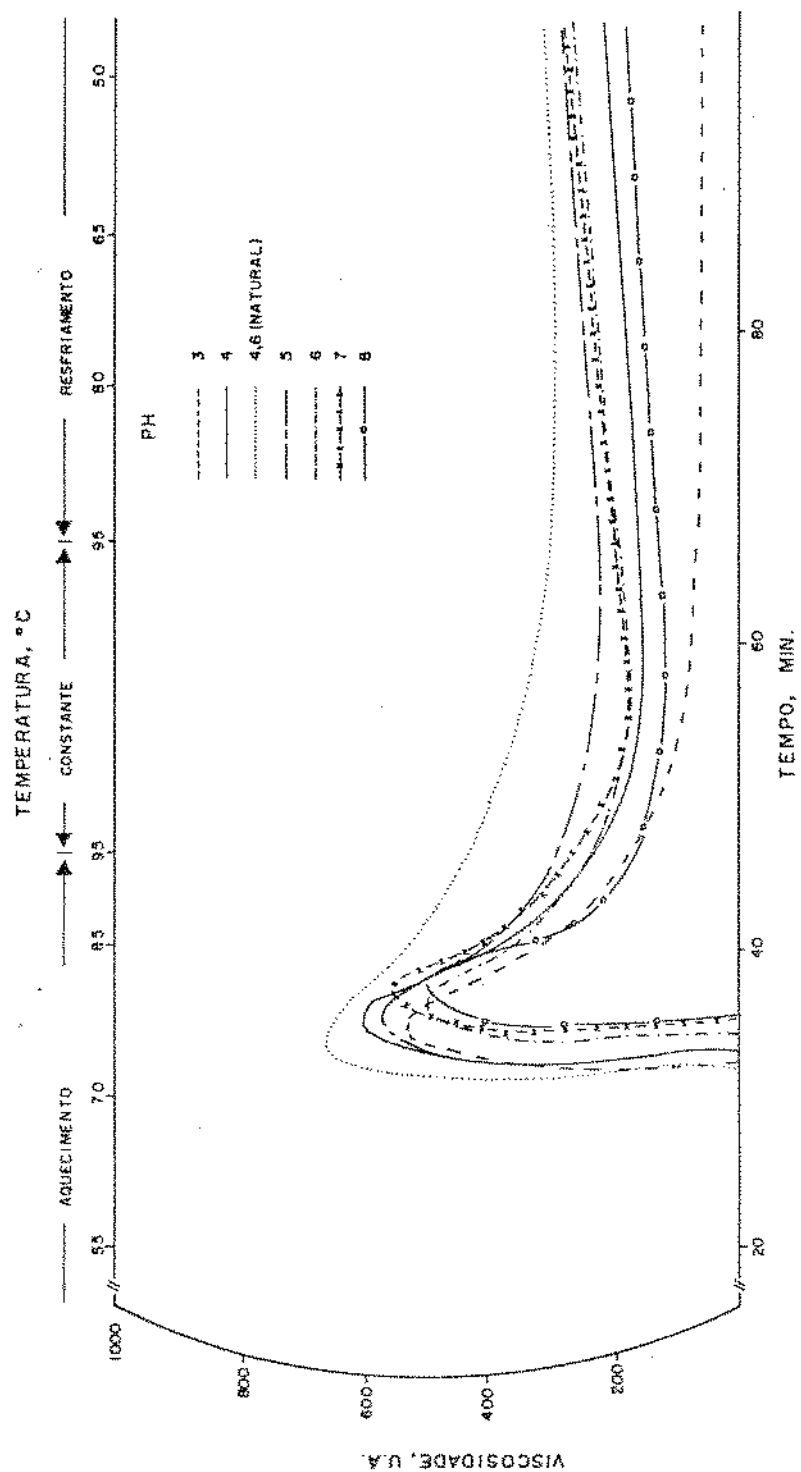


FIGURA 16 - Efeito do pH nas características de viscosidade da pasta de amido de Adley a 7 %.

Quadro 21.- Efeito do pH nas propriedades de pasta no amido de Adlay *

Parâmetros de viscosidade	pH						
	sem tra- tamento*	3	4	5	6	7	8
Temperatura ini- cial de formação de pasta (°C)	72,0	73,0	74,5	74,5	76,0	77,5	77,5
Temperatura de - viscosidade máxi- ma (°C)	75,0	76,0	77,5	77,5	79,0	80,5	80,5
Viscosidade Máxi- ma (U.A.)	700	540	620	580	500	560	510
Viscosidade Míni- ma a temperatura constante (U.A.) de 95°C.	300	60	160	240	200	200	130
Viscosidade máxi- ma no ciclo de resfriamento (U.A.)	330	60	220	280	260	280	190

* Suspensão do amido 7 % (p/v - 14 % de umidade)..;
pH normal = 4,6

Quadro 22.- Correlação linear entre a temperatura (durante o ciclo de resfriamento) e a viscosidade do amido de Adlay em diferentes pHs, controlados por tampão fosfato bibásico de sódio-ácido cítrico.

pH	Faixa de Temperatura ($\pm$ C)	Retrogradação 92 $\pm$ C à 95 $\pm$ C.	
		Equação	Correlação
3	92 - 50	$Y = 0,298 X + 42,62$	0,55
4	92 - 50	$Y = - 1,330 X + 273,13$	- 0,87
5	92 - 50	$Y = - 0,770 X + 307,44$	- 0,80
6	92 - 50	$Y = - 0,665 X + 271,57$	- 0,51
7	92 - 48	$Y = - 1,994 X + 379,54$	- 0,94
8	92 - 50	$Y = - 1,419 X + 253,85$	- 0,91

Y = Viscosidade em
Unidades Amilográficas

- X = Temperatura em
 $\pm$ C.

da pasta de amido de Adlay em diferentes pHs controlados por tampão fosfato bibásico de sódio-ácido cítrico.

c.- Efeito de açúcares nas propriedades de pasta do amido de Adlay

1. Efeito de sacarose .

Os açúcares competem com o amido pela água, deixando menos água livre para hidratação dos grânulos durante a gelatinização.

A figura 17 mostra amilogramas de amido de Adlay em presença de concentrações variadas de sacarose, e o Quadro 23 apresenta os resultados obtidos a partir destes amilogramas. Contrariamente ao que ocorre com diversos amidos, a temperatura inicial de gelatinização diminuiu ligeiramente com o aumento da concentração de sacarose.

A sacarose provocou uma pequena queda na viscosidade máxima, em comparação com amostras sem tratamento, contrariamente ao observado na literatura, amido de milho normal, SAVAGE & OSMAN (57). Entretanto como as diferenças em viscosidade máxima nas várias concentrações de sacarose usadas são pequenas, verifica-se que o amido de Adlay apresenta estabilidade à adição de sacarose.

O Quadro 24 apresenta os dados de correlação linear entre a temperatura durante o ciclo de resfriamento e viscosidade de amido de Adaly em diferentes concentrações de sacaro-

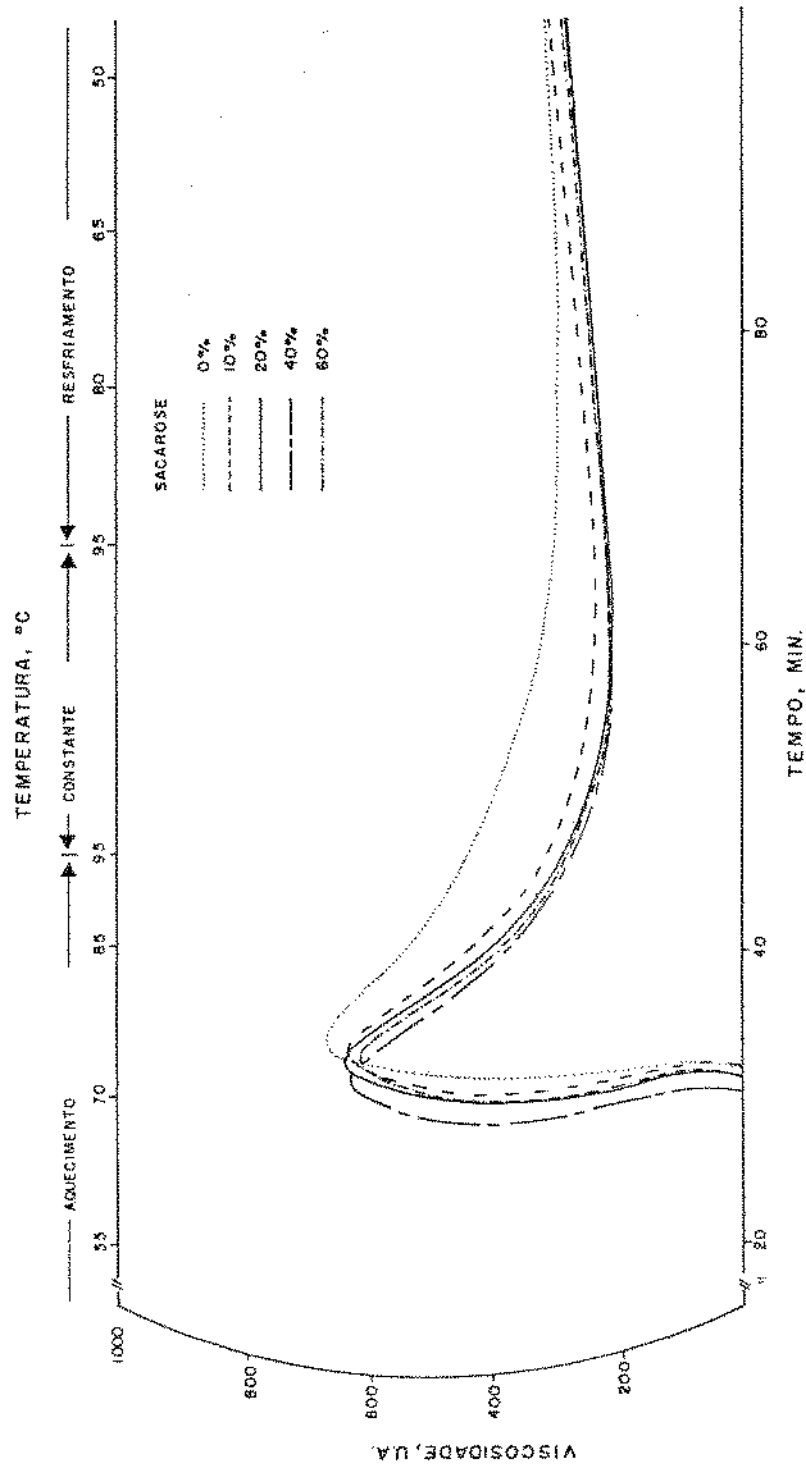


FIGURA 17 - Efeito da concentração de sacarose nas mudanças de viscosidade da pasta de amido de Adlay.

Quadro 23.- Características de viscosidade de amido de Adlay em presença de sacarose *.

Parâmetros de Viscosidade	Concentração de sacarose (%)				
	sem tra- tamento	10	20	40	60
Temperatura ini- cial de formação de pasta (°C)	72,0	73,0	71,5	70,0	71,5
Temperatura de viscosidade máxi- ma (°C) .	75,0	74,5	73,0	71,5	74,5
Viscosidade máxi- ma (U.A.)	700	640	660	650	620
Viscosidade míni- ma a temperatura constante (U.A.)	300	240	210	220	220
Viscosidade máxi- ma no ciclo de resfriamento (U.A.)	330	320	280	280	280

* Suspensão do amido: 7 % (p/v de 14 % de umidade).

Quadro 24.- Correlação linear entre a temperatura (durante o ciclo de resfriamento) e a viscosidade do amido de Adlay em diferentes concentrações de sacarose.

Concentração		Retrogradação
Sacarose		
(% - p/v)	Equação	Correlação
10	$Y = 2,430 X + 66,8$	0,42
20	$Y = - 0,764 X + 309,9$	- 0,66
40	$Y = - 1,478 X + 361,8$	- 0,99
60	$Y = - 1,547 X + 361,1$	- 0,96

* Suspensão do amido: 7 % (p/v de 14 % de umidade)

(Faixa de temperatura : 92 a 50 °C.

11. Efeito de glicose.-

No Quadro 25 e na figura 18 apresentam-se as características de viscosidade do amido de Adlay tratados com glicose nas concentrações de 2, 6, 18 e 30 %. A adição de glicose causou uma pequena diminuição da viscosidade máxima, principalmente a partir de 18%. Verifica-se que o efeito de adição de glicose na suspensão de amido de Adlay foi semelhante ao de sacarose, em relação ao comportamento viscoamilográfico. O Quadro 26 apresenta os dados da correlação linear no ciclo de refriamento em diferentes concentrações de glicose.

d.- Efeito do cloreto de sódio

O efeito da adição de cloreto de sódio nas concentrações de 2, 3, 4 e 6% sob o amido de Adlay é mostrado na figura 19 e os parâmetros obtidos das figuras podem ser observados no Quadro 27. A adição de cloreto de sódio até o nível de 3% não alterou praticamente as propriedades de pasta do amido de Adlay. Entretanto na presença de quantidades superiores à 4%, aumentaram as temperaturas de formação de pasta e diminuíram a viscosidade máxima. Isso se deve provavelmente à presença de cloreto de sódio o qual diminui a disponibilidade de água para o entu-

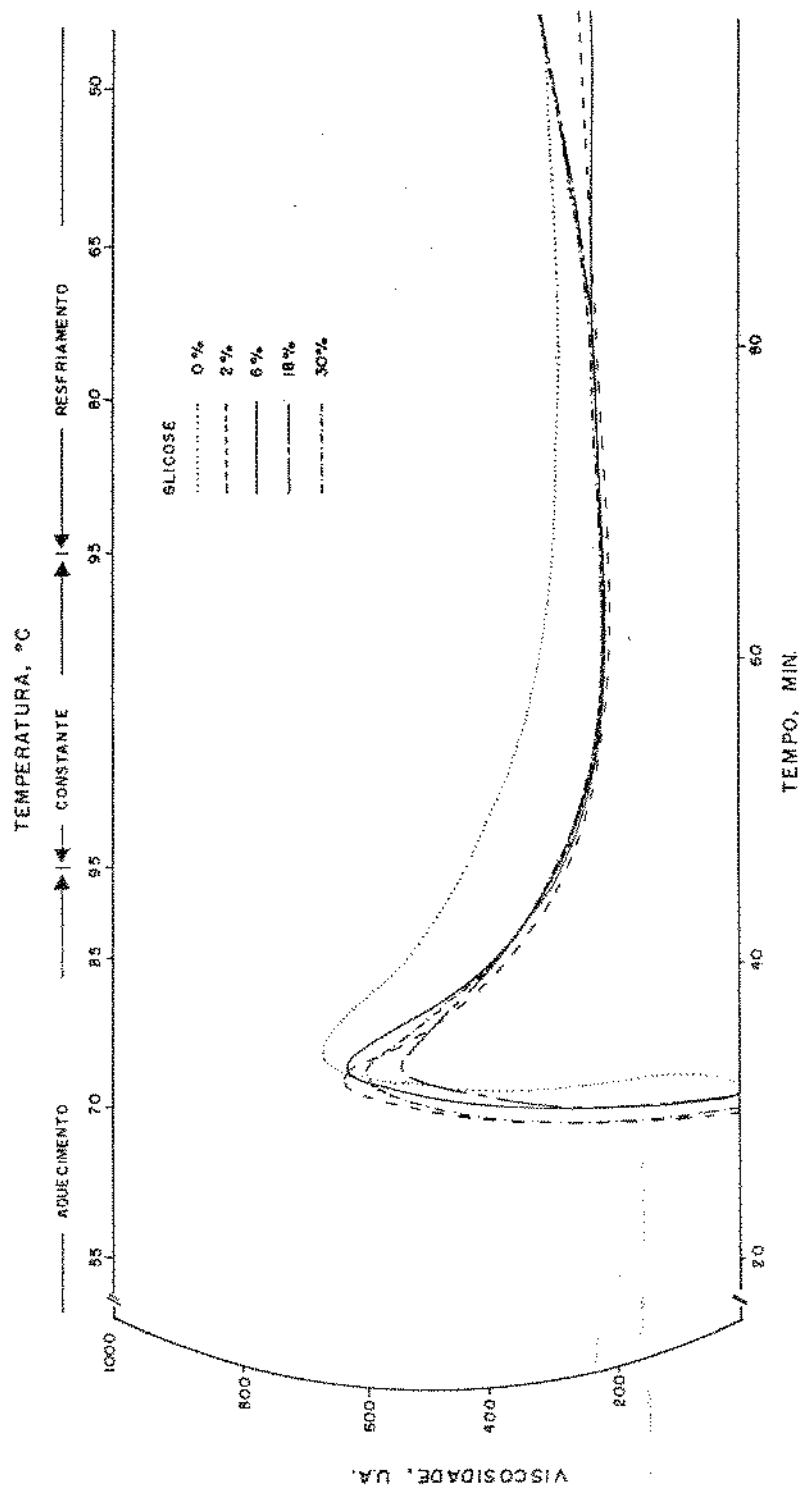


FIGURA 18 - Efeito da concentração de glicose nas características de viscosidade da pasta de amido de Adlay.

Quadro 25.- Características de viscosidade de amido de Adlay em presença de glicose *

Parâmetros de viscosidade	Concentração de glicose (%).				
	Sem tratamento	2	6	18	30
Temperatura inicial de formação de pasta	72,0	70,0	71,5	71,5	70,0
Temperatura de viscosidade máxima (°C)	75,0	73,0	74,5	74,5	73,5
Viscosidade Máxima (U.A.)	700	630	630	550	600
Viscosidade mínima a Temperatura constante (U.A.)	300	210	220	220	220
Viscosidade máxima no ciclo de resfriamento U.A.	330	260	240	300	300

* Suspensão do amido: 7 % (p/v de 14 % de umidade)

Quadro 26.- Correlação linear entre a temperatura (durante o ciclo de resfriamento) e a viscosidade do amido de Adlay em diferentes concentrações de glicose.

Concentração de glicose (% - p/v)	Equação	Retrogradação Correlação
2	$Y = - 1,379 X + 329,78$	- 0,94
6	$Y = - 0,506 X + 251,55$	- 0,59
18	$Y = - 1,488 X + 360,65$	- 0,92
30	$Y = - 1,831 X + 370,65$	- 0,95

* Suspensão de amido a 7 % (p/v - de 14 % de umidade) (Faixa de temperatura da determinação : 92 à 95°C.)

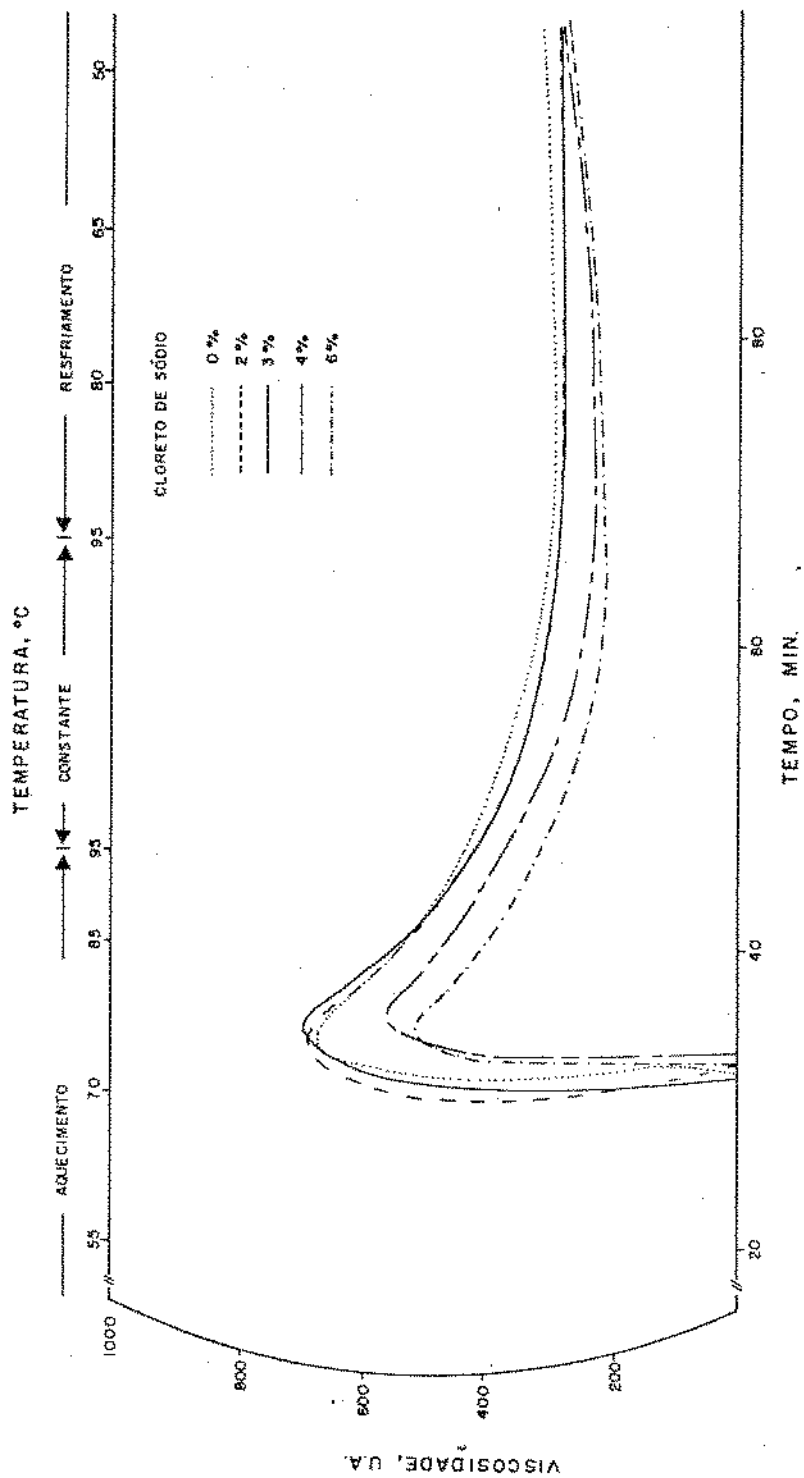


FIGURA 19 - Efeito da concentração de cloreto de sódio nas características de viscosidade da pasta de amido de Adlay.

Quadro 27.- Características de viscosidade do amido de Adlay em presença de cloreto de sódio *

Parâmetros de Viscosidade	Concentração (%) de cloreto de sódio				
	Sem tra- tamento	2	3	4	6
Temperatura ini- cial de formação de pasta (°C.)	72,0	73,0	71,5	74,5	73,0
Temperatura de viscosidade máxi- ma (°C.)	75,0	74,5	76,0	77,5	76,0
Viscosidade máxi- ma (U.A.)	700	690	700	570	520
Viscosidade míni- ma a temperatura constante (U.A.)	300	280	280	240	220
Viscosidade máxi- ma no ciclo de resfriamento U.A.	330	300	300	300	280

* Suspensão do amido: 7% (p/v - de 14% de umidade)

mescimento dos grânulos de amido de Adlay. Este último efeito é contrário ao reportado pela literatura para o amido de trigo, D'APPOLONIA (17), onde a adição de quantidades crescentes de cloreto de sódio até 3,5% aumentaram a viscosidade máxima. O Quadro 28 apresenta os dados de correlação linear entre a temperatura no ciclo de resfriamento e a viscosidade da pasta de amido de Adlay em diferentes concentrações de cloreto de sódio.

14.- Transmitância óptica do gel

Os valores de transmitância óptica dos géis de amido de Adlay e de milho normal à diferentes temperaturas, com e sem resfriamento são apresentados no Quadro 29. e graficados na figura 20. A transmitância do gel de amido de Adlay sem resfriamento começa a aumentar rapidamente a partir de 70°C, atingindo um máximo aos 80°C e mantendo-se constante posteriormente até 95°C. Nas mesmas condições, o amido de milho sem resfriamento teve um comportamento diferente, mostrando um máximo de claridade de pasta a 75°C e diminuindo posteriormente com o aumento de temperatura até 95°C. É interessante observar que os valores de transmitância foram semelhantes para os dois amidos, nessa temperatura (75°C), isto poderia ser explicado devido a que a concentração da suspensão é de somente 0,1% de amido, o que facilita o maior inchamento do grânulo.

Quando a transmitância foi lida após resfriamento da suspensão à temperatura ambiente, observou-se que nas faixas de temperatura inicial de formação de pasta (60 - 70°C) o amido de

Quadro 28 .- Correlação linear entre a temperatura (durante o ciclo de resfriamento) e a viscosidade do amido de Adlay em diferentes concentrações de cloreto de sódio.

Concentração de cloreto de sodio (% - p/v)	Retrogradação 92° à 95°C. Equação	Correlação
2	$Y = - 0,456 X + 318,7$	- 0,74
3	$Y = - 0,335 X + 301,2$	- 0,88
4	$Y = - 1,101 X + 345,1$	- 0,89
6	$Y = - 1,696 X + 369,8$	- 0,97

Y = Viscosidade em
Unidade Amilográficas

X = Temperatura em
°C.

Quadro 29.- Transmitância óptica de suspensões de amidos de Adlay e milho normal.

Temperatura (°C)	Transmitância (%)			
	sem resfriamento		com resfriamento	
	Adlay	milho normal	Adlay	milho normal
40	37,0	52,5	100	100
45	36,5	42,5	97,0	99,0
50	36,5	41,5	97,0	99,0
55	35,5	41,0	95,0	97,5
60	34,5	69,0	93,0	37,0
65	34,0	65,0	86,0	97,0
70	40,0	68,0	87,0	94,0
75	91,0	91,5	92,5	94,0
80	92,5	57,0	94,5	95,0
85	92,0	73,0	93,0	91,0
90	93,0	71,0	93,0	80,0
95	93,0	71,0	93,0	80,0

Suspensão de 0,1% de amido (% - p/v).

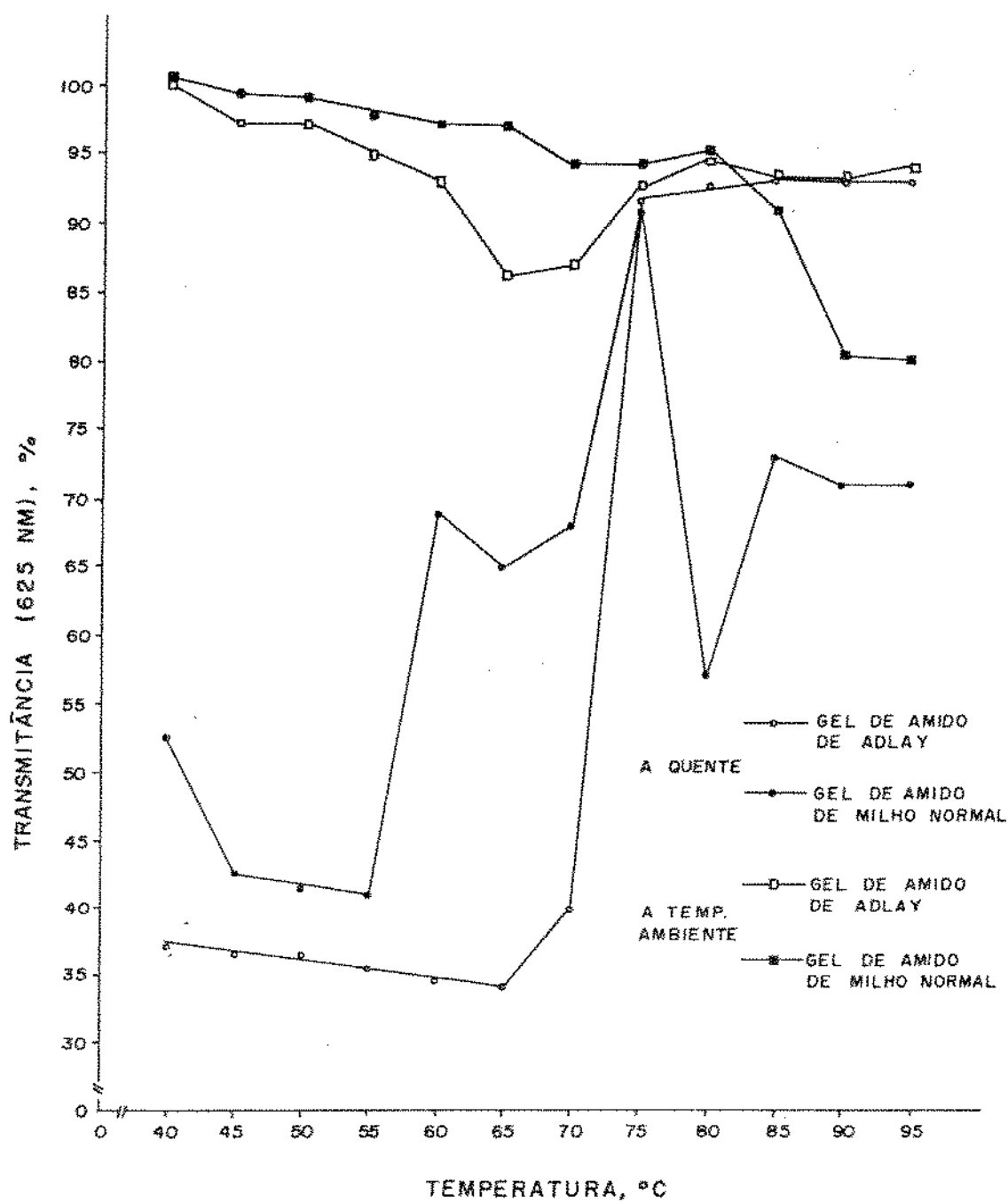


FIGURA 20 - Efeito da temperatura na transmitância ótica do gel de amido de Adlay e milho ceroso.

Adlay apresentou menor transmitância que o amido de milho normal. Entretanto foi observado visualmente que nas pastas de amido de Adlay, apresentaram-se mais claras que os do amido de milho. POMERANZ (52) reportou que quando foram medidas as transmitâncias de pastas de amido de batata, milho, sorgo ceroso, e sorgo ceroso com ligações cruzadas encontraram-se menor valor de transmitância para este último, porém quando foi medida a reflectância dessas mesmas pastas, os mais claros foram os amidos de sorgo e o mais opaco o amido de milho.

15.- Retrogradação: Efeito do congelamento e descongelamento nas pastas de amido de Adlay.

Os testes de retrogradação feitos de acordo com o método descrito por ALBRECHT (1) mostraram que o amido de Adlay não apresentou exudação de água após armazenamento a -2°C durante 15 dias. O processo de congelamento a -2°C e posterior descongelamento em água em ebulição também não afetou as características da pasta do amido, mostrando que nesse período não houve sinérese.

Este comportamento do amido, mostra que o mesmo tem características similares aos amidos de cereais cerosos e com ligações cruzadas.

V.- CONCLUSÕES

Os resultados obtidos do presente trabalho sugerem as seguintes conclusões:

- Os grãos de Adlay podem ser facilmente processados em beneficiadoras de arroz e moídos posteriormente em moinhos de rolos com rendimentos mínimos, em farinha, de aproximadamente 34%.
- Na extração de amido a partir de farinhas, é necessário o uso de tolueno:água na proporção de 1:8 v/v, obtendo-se amido com pureza de aproximadamente 97% e com rendimentos mínimos de aproximadamente 45%.
- O amido de Adlay tem grânulos pequenos e homogêneos, que variam de 1,2 a 3,5 micra, mostrando que é um dos menores grânulos de amido comumente conhecidos até agora. Estas características possibilitam o seu uso na indústria de cosméticos.
- Os valores de viscosidade intrínseca do amido de Adlay são similares aos reportados na literatura, para a fração de amilopectina de outros cereais.
- Não foi possível, através de métodos normais de fracionamento de amido, a separação da amilose e amilopectina do amido de Adlay. Isto estaria relacionado com o baixo valor de amilose (2,32%) obtido através do teste de "Blue Value".
- A cor marrom com iodo do amido de Adlay é semelhante às colorações obtidas com amidos cerosos, porém mais escura.

- O poder de inchamento do amido de Adlay é inferior ao reportado para amidos cerosos, porém superior aos dos amidos normais de outros cereais.

- O padrão de cristalinidade por raios-X do amido de Adlay foi do tipo A, característico dos amidos de cereais. O tratamento com tolueno não modificou esse padrão.

- O amido de Adlay apresenta temperaturas altas de gelatinização em comparação com os amidos normais de outros cereais, porém a faixa de gelatinização é estreita, o que mostra uma homogeneidade das forças que mantêm a estrutura do grânulo. Este amido apresenta baixa estabilidade a quente ($95\pm C$), porém no resfriamento a estabilidade da pasta é alta, mesmo após congelamento, sugerindo o seu uso na indústria de produtos congelados.

- As pastas de amido de Adlay são mais claras que as do amido de milho normal.

- O amido de Adlay apresentou alta estabilidade ao tratamento a pH entre 3-8, exceto para pH 3 no ciclo de resfriamento. A adição de glicose, sacarose e cloreto de sódio nas concentrações estudadas não muda significativamente as características de pasta do amido de Adlay, assemelhando-o aos amidos cerosos.

- As características físico-químicas do amido de Adlay sugerem o seu uso em produtos onde sejam necessárias propriedades semelhantes aos amidos cerosos ou com algumas características de amidos com ligações cruzadas.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1.- ALBRECHT, J.J.; NELSON, A.I. & STEINBERG, M.F. Characteristics of corn starch and starches derivatives as affected by freezing storage and thawing; *J. Food Techn.* 1: 57, 1960.
- 2.- AMERICAN ASSOCIATION OF CEREAL CHEMISTS. **Approved methods of the American Association of Cereal Chemists.** 7. ed. St. Paul, AACC, 1969 v.1 and 2.
- 3.- ANDERSON, R.A.; CONNWAY, H.F.; PREIFER, V.F.; GRIFFIN, Jr. E. L. Gelatinization of corn grits by role and extrusion cooking. *Cereal Sci. Today*, St. Paul, 14(4):4-12, 1969.
- 4.- BARRETO, U.P. **Adlay na alimentação humana.** Rio de Janeiro Ministerio de Agricultura, 1945 28 p (apostila)
- 5.- ----- **O Adlay na alimentação nacional (Coix lacryma Jobi L.)** Rio de Janeiro, Departamento nacional de produção vegetal. 1945. 44p. (apostila).
- 6.- BADENHUIZEN, N.P. Occurrence and development of starch in plant. In: WHISTLER, R.L. & PASCHALL, E.F. ed. **Starch: chemistry and technology**. New York, Academic press, 1960. v.1 chap.5 p. 65-103.
- 7.- BEAN, M.L. & OSMAN, E.M. Behavior of starch during food preparation. II. Effects of different sugar in the viscosity and gel strength of starch. *Food Res*, Champaign, 24 (6): 665, 1959.
- 8.- BLIGH, E. G. & DYER, W. J. - A rapid method of total lipid extraction and purification. *Canad. J. Biochem. Physiol.*, Ottawa, 37 (8): 911-7, 1959.
- 9.- BERRY, C.P.; D'APPOLONIA, B.L.; GILLES, K.A. The characterization of triticale starch and its comparison with starches of ruge, durum and HRS wheat. *Cereal Chem.*, St. Paul, 48 (2):414, 1971.
- 10.- BHEMER, O.A.; TOLOSA, E.M.C.; FREITAS N.A. **Manual de técnicas para histología normal e patológica..** São Paulo, EDART, 1976, 241 pp.
- 11.- BRAVERMAN, J.B.S. **Introdução a la bioquímica de los alimentos** Barcelona, Omega, 1967. Cap.8, p.98
- 12.- BREDÁ, B.J.D. Use of the brabender amylograph to determine the gelatinization temperature of corn starch. *Starch*, Stuttgart 32 (8): 272-75, 1980.

- 13.- CIACCO, C.F. & CRUZ R. *Fabricação de amido e sua utilização*. Coordenadoria da Indústria e Comércio. Secretaria da Indústria, Comércio, Ciência e Tecnologia. Governo do Estado de São Paulo, 1982. V.7, 151 p. (Série Tecnologia Agroindustrial).
- 14.- _____ & D'APPOLONIA, B.L. Characterization of starches from various tubers and their use in bread-baking. St. Paul, Minnesota, *Cereal Chem.*, St. Paul, 54 (5): 1096-1108, 1977.
- 15.- COLONNA, P. & MERCIER, C. Les amidons de légumineuses. Aspect, composition, structure et propriétés physicochimiques. *Lebensm-Wiss. U. Technol.*, Zurich, 12 (1) 1-12, 1979
- 16.- CRUZ, R. - Isolamento, caracterização e modificações de amido de Chuchu (*Sechium edule* Swartz). Campinas, UNICAMP, 1982. 266p. (Tese de Doutorado).
- 17.- D'APPOLONIA, B.L. Effect of bread ingredients on starch-gelatinization properties as measured by the amylograph. St. Paul, Minnesota, *Cereal Chem.*, St. Paul, 49 (5): 532-43, 1972.
- 18.- _____ & GILLES, K.A. Effect of various starches in baking. *Cereal Chem.*, St. Paul, 48 (6): 625-36 1971
- 19.- DURAND, P. Aditivos. *Noticiteca*, 15(88): 84-92, 1985
- 20.- EL-SAIED, H.M.; AHMEED, E.A.; ROUSHDI, M.; EL-ATTAR, W. Gelatinization, pasting characteristics and cooking behaviour of Egyptian rice varieties in relation to amylose and protein contents. *Starch*, Weinheim, 31 (8): 270-4, 1979.
- 21.- EL-HINNAWY, S.I. ; EL-SAIS, H.M.; EL-SHIRBEENY & EL-SHAY, K.M. Infrared and X-ray analysis of hydroxyethyl starch. *Starch*, Weinheim, 34 (3): 92-5, 1982.
- 22.- FORSTER, J.F. - Physical properties of amilose and amilopectin in solution. In: WHISTLER, R. L. & PASCHALL, E.F. ed. *Starch: chemistry and technology*. New York, Academic Press, 1965, v.1 chap. 15 p. 349-91
- 23.- GANZ, A..J. Effect of sodium chloride on the pasting of wheat starch granules. *Cereal Chem.*, St. Paul, 42(4): 429-31, 1965
- 24.- GREENWOOD, C.T.. & THOMSON. Physicochemical studies on starches, part. 24. The fractionation and characterization of starches of various origins. *Jor. of the chem. Soc.*, England, 82: 222-9, 1962.

- 25.- GOERING, K.J. & SCHUH, H. New starches ; III . the properties of starch from (*Phalaris canariensis*). *Cereal Chem.*, St. paul, 44 (5): 532-8, 1967
- 26.- GOMES, P.C.; FERREIRA, A.S.; FIALHO, E.T.; BARBOSA, H.P. O cereal Adlay, na alimentação de suínos em crescimento e terminação. *Pesq. Agropec. Bras.*, Brasília, 16 (6): 901-6, 1981
- 27.- GRACZA, R. - Minor constituents of starches. In: WHISTLER, R.L. & PASCHALL, E.F.ed. *Starch : chemistry and technology* New York, Academic press, 1965, v.1, chap. 14, p. 105-31.
- 28.- HARRIS, R.H. & JESPERSON, E. - A study of the effect of various factors on the swelling of certain cereal starch. *J. Colloid Science*, 1 (6) : 479-93 , 1946.
- 29.- HARSHE, S.N. & BRAGWAT, M.S. - Studies on starch isolated from the fruits f (*Annona reticulata* Ranphal). *Die Starke*, 28 (8): 257-9 , 1976.
- 30.- JENSEN, W.A. - *Botanical Histochemistry*. San Francisco, Freeman & Co., 1962. 355 p.
- 31.- VAN DE KAMER, J. H. & VAN GINKEL, L. Rapid determination of crude fiber in cereals. *Cereal Chem.*, St. Paul, 29 (4): 239-51, 1952.
- 32.- KERR, R. W.. - *Chemistry and Industry of starch*. New York, Academic Press . 1950, p. 719.
- 33.- KLASSEN, A.J. & HILL, R.D. - Comparison of starch from triticale and its parental species. *Cereal Chem.* St. Paul, 48 (6): 647-654, 1971.
- 34.- LEACH, H. W. Determination of intrinsic viscosity of starches. *Cereal Chem.*, St. Paul, 40 (6): 593, 1963.
- 35.- -----; McCOWEN, C.D.; SCHOCH, T.J. Structure of the starch granule ;I. swelling and solubility patterns of various starches. *Cereal Chem.*, St. Paul , 36 (6) : 534, 1959.
- 36.- -----& SCHOCH, T.J. Structure of the granular starch; II. action of various amylases on granular starches. *Cereal Chem.* St. Paul, 38 (11): 34 , 1961.
- 37.- LII, C.Y. & LINEBACK, D.R. Characterization and comparison of cereal starches. *Cereal Chem.* ,St. Paul, 54 (1): 138 , 1977.

- 38.- LINEBACK, D.R. The starch granule; organization and properties. *Bakers Digest*, 58 (2): 16-21, 1984.
- 39.- MANCILLA, N.; GUERRA, M.J. & CEMBRANELLI, C.B. - Obtenção, Caracterização e utilização de Colix *Lacryma Jobi* L. em panificação. In: VII CONGRESSO BRASILEIRO DE CIENCIA E TECNOLOGIA DE ALIMENTOS, Fortaleza, 1984.
- 40.- MATZ, S.A. The chemistry and technology of cereals as food and feed. New York., AVI, 1959, 732 p.
- 41.- MAZURS, E.G. ; SCHOCH, T.J. & KITE, F.E. Graphical analysis of the Brabender viscosity curves of various starches. *Cereal chem.* St. Paul, 34 (3): 141, 1957.
- 42.- McARTHUR, L.A. & D'APPOLONIA, B.L. Comparison of oat and Wheat carbohydrates; II. Starch. *Cereal chem.*, St. Paul, 56 (5): 458, 1979.
- 43.- McCREADY, R.M. & HASSID, W.Z. The separation and quantitative estimation of amylose and amylopectin in potato starch. *J. Am. Chem. Soc.* 65: 1154, 1943.
- 44.- MEDCALF, D.G. & GILLES, K.A. Wheat starch; comparison of physicochemical properties. *Cereal Chem.*, St. Paul, 56 (6): 560, 1965.
- 45.- MONTGOMERY, E.M. & SENTI, F.R. Separation of amylose from amylopectin of starch by an extraction-sedimentation procedure. *J. of Polymer Sci.*, 28 (1): 1, 1958.
- 46.- MORI, S.N. & KAMIHAMA, T.K. Study on relative crystallinity of moist potato starch. *Starch* 30 (4): 111-4 1978
- 47.- MORITA, T. & ASSUMPÇÃO R.M.V. - Manual de soluções, reagentes e solventes; padronização - preparação - purificação. São Paulo, Ed. Edgard Blucher, 1976, 275 p.
- 48.- MANNERS, D.J. Some aspects of the structures of starch. *Cereal Foods World*, St. Paul 30 (7): 461-7, 1985.
- 49.- NAIVIKUL, D. & D'APPOLONIA, B.L. Carbohydrates of legume flour compared with flour; II. starch. *Cereal Chem.* St. Paul, 56 (1): 24, 1979.
- 50.- OSAKA, Z.N. Studies on the starch granules. *Starch* 30(4): 105-11, 1978.
- 51.- OSMAN E.N. Starch in food industry. In: WHISTLER, R.L. & PASCHALL, R.L. ed. *Starch; chemistry and technology*, New York, Academic Press, v.2 1965.

- 52.- POMERANZ, Y. Carbohidrates: starch In : **Functional properties of components**, New York Academic Press, chap. 2 1985, p. 25-49.
- 53.- RADLEY J.A. **Industrial uses of starch and its derivatives..** Applied science publisher Ltd. London, 1976.
- 54.- ROCHA, G.L. da .- Adlay . De porte pequeno, cereal do presente. **Anuario dos criadores**. 4(4): 192-4, 1963.
- 55.- SAIR, L. Heat-moisture treatment of starch. **Cereal Chem.**, St. Paul, 44 (1): 89, 1967.
- 56.- SANDSTEDT, R.M. & MATTERN, P.J. Damage starch: Quantitative determination in flour. **Starch** 37 (3): 379, 1960.
- 57.- SAVAGE, H. L. & OSMAN, E. M. Effects of certain sugars and sugar alcohols on the swelling of corn starch granules. **Cereal Chem.**, St. Paul, 55 (4): 447, 1978 .
- 58.- SCHOCH, T.J. The fractionation of starch. In: PIGMAN, W.W. & WOLFROM, M.L.; ed. **Carbohidrates**. New York, Academic Press, v.1, p 247-77, 1945
- 59.- ----- & LEACH, W.H. Determination of absolute density; liquid displacement. In: WHISTLER, R.L. & WOLFROM, M.L. ed. **Methods in carbohydrates chemistry**. New York, Academic Press, 1964, v.4, p.101.
- 60.- ----- & MAYWALD, E.D. - Microscopic examination of modified starches. **Anal. Chem.**, Easton, 28: 328, 1956.
- 61.- SCHAAFFHAUSEN, R.V. - Adlay or Job's Tears ; a cereal of potentially greater importance. **Economic Botany**, 6 (216): 185-9, 1952.
- 62.- SILVA, W-. | Comunicação pessoal |.
- 63.- TOMAISQUIN, C. New starches; properties of five varieties of cowpea starch. **Cereal chem.**, St. Paul, 48 (2): 132, 1971.
- 64.- TRENDWAY, R.H. Potato Starch . In: TALBURT. **Potato processing** . 1975. Cap. 15.
- 65.- WILLIAMS, P.C. & FEGOL, K.S.W. Colorimetric determination damaged starch in flour. **Cereal chem.**, St. Paul, 46 (1): 56-62, 1969.
- 66.- WILSON, L.A.; BIRMINGHAM, V.A. ; MOON, D.P. & SNYDER, H.E. Isolation and characterization of starch from mature Soy Beans. **Cereal Chem.**, St. Paul , 55 (5): 661-70, 1978.

- 67.- WOLFROM, M.L. & KHADEM EL, H. Chemical evidence for the structure of starch. In: WHISTLER, R.L. & PASCHALL, E.F. ed. **Starch: chemistry and technology**. New York, Academic Press, 1965, v.1, chap. 10.
- 68.- WEATHERWAX, P. The endosperm of zea and coix. **Am. J. Bot.** 17: 371-381, 1930 .
- 69.- ZOBEL, H.F. X-Ray analysis of starch granules. In: WHISTLER, R.L.,ed. **Methods in carbohydrate chemistry.**, New York, Academic Press, 1964. v.4 , Chap III-29, p. 109-13
- 70.- ZUBER, M.S. Genic control of starch development. In: WHISTLER, R.L. & PASCHALL, E.F.ed. **Starch: Chemistry and technology**, New York, Academic Press, 1965, v.1 p. 43-62.