



**UNIVERSIDADE FEDERAL DA BAHIA**  
**FACULDADE DE FARMACIA**  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS DE ALIMENTOS

**EXTRAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE AMIDOS DE FEIJÃO CAUPI (*Vigna unguiculata* L.) E MANGALÔ (*Lablab purpureus* L.)**

**KEILA GABRIELI MATOS DOS PRAZERES**

Salvador-BA

2018

**KEILA GABRIELI MATOS DOS PRAZERES**

**EXTRAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE AMIDOS DE FEIJÃO CAUPI (*Vigna unguiculata* L.) E MANGALÔ (*Lablab purpureus* L.)**

**Orientador:** Prof. Dr. Renato Souza Cruz

**Coorientadora:** Prof<sup>ª</sup>. Dr<sup>ª</sup>. Geany Peruch Camilloto

Dissertação apresentada a Faculdade de Farmácia da Universidade Federal da Bahia como parte das exigências do programa de Pós-graduação de Ciências de Alimentos para obtenção de título de Mestre.

Salvador – BA

2018

Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema Universitário de Bibliotecas (SIBI/UFBA),  
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

Prazeres, Keila Gabrieli Matos  
EXTRAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE AMIDOS DE FEIJÃO  
CAUPI (*Vigna unguiculata* L.) E MANGALÔ (*Lablab  
purpureus* L.) / Keila Gabrieli Matos Prazeres. --  
Salvador, 2019.  
100 f. : il

Orientador: Renato Souza Cruz.  
Coorientadora: Geany Peruch Camilloto.  
Dissertação (Mestrado - Ciência de Alimentos) --  
Universidade Federal da Bahia, UFBA, 2019.

1. Amido. 2. Feijão verde. 3. Caupi. 4. Mangalô. 5.  
Propriedades físico-químicas . I. Cruz, Renato Souza.  
II. Camilloto, Geany Peruch. III. Título.



UNIVERSIDADE FEDERAL DA BAHIA  
FACULDADE DE FARMÁCIA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA DE ALIMENTOS

## TERMO DE APROVAÇÃO

KEILA GABRIELI MATOS DOS PRAZERES

EXTRAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE AMIDOS DE FEIJÃO CAUPI  
(*Vigna unguiculata* L.) E MANGALÔ (*Lablab purpureus* L.)

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Ciência de Alimentos (nível Mestrado Acadêmico) da Faculdade de Farmácia da Universidade Federal da Bahia, como requisito parcial para a obtenção do título de mestre em Ciência de Alimentos.

Aprovada em 11 de julho de 2018.

BANCA EXAMINADORA

Dr. Renato Souza Cruz  
Universidade Estadual de Feira de Santana  
Orientadora

Dr. Johnson Clay Pereira dos Santos  
Universidade Federal da Bahia

Dr.ª Luciana Alves de Oliveira  
Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária

## DEDICATÓRIA

*Dedico esta conquista a minha mãe, a qual sempre me incentivou nos meus estudos e sempre me deixou ciente que eu sou a extensão do sonho que ela não pôde realizar. Dedico ao nosso futuro minha mãe, vamos conseguir, te amo.*

## AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus, pois Ele me mostrou ter capacidade onde achava que não teria, agradeço também pela força e implantação em meu coração que iria conseguir.

Á minha mãe que sempre me incentivou em todos os sonhos que almejei, apoiando em todos meus projetos de vida. Obrigada minha mãe por estar sempre presente em todos os momentos importantes da minha vida, mesmo estando longe.

Agradeço aos meus irmãos por toda força e carinho durante essa trajetória.

Ao meu namorado por toda paciência, carinho, preocupação e amor.

Agradeço á todos meus amigos, os quais pude compartilhar minhas conquistas, aflições, enfim todas as emoções que um mestrado pode proporcionar. Em especial, agradeço ao meu amigo irmão Marcos, o meu maior incentivador para fazer a seleção, muito obrigada de coração.

Aos meus anjinhos, Thaís e Thaise, que Deus colocou no meu caminho, que me deram todo suporte físico, intelectual e emocional para que eu pudesse prosseguir nessa jornada. Em especial a você Thaís, vai meu eterno agradecimento, por tudo que me ensinou, sem você realmente tudo tornaria mais difícil. O mestrado me deu sua amizade de presente e vai tratar de fazer a permanência dela em toda minha vida.

Agradeço a Ivo por toda a prestatividade e por saber que sempre pude contar contigo.

Alexandra e Lais, o laboratório não seria o mesmo sem vocês. Muito obrigada pelo companheirismo e disposição em ajudar. Obrigada por todas as palavras de incentivo, todas gargalhadas e momentos únicos que tive com vocês.

Agradeço ao Prof. Renatinho, meu orientador, por ter me dado essa oportunidade que não pude ter de nenhum outro professor, muito obrigada pela confiança, orientação, disposição de ajudar, paciência, pelos conselhos, palavras de incentivo e por me mostrar que todos nos temos capacidade em tudo que quisermos, basta termos dentro de si o esforço e a dedicação. Obrigada por tudo.

Á minha Pró Geanny, minha coorientadora, por toda disposição em querer ajudar, dedicação ao ensinar, todos os momentos descontraídos e sérios que pude usufruir. Agradeço também por ter conseguido tirar meu trauma de centrifuga e que de uma forma ou de outra pude tirar uma lição para vida: Nossos medos só são perdidos quando enfrentarmos eles. Na estatística da vida é assim que acontece.

Obrigada a todos que indireta ou diretamente contribuíram para a realização deste trabalho.

*Eu não sei onde posso chegar...  
Mas só paro quando conseguir.*

## RESUMO

Como um grande grupo de produtos agrícolas, os feijões são amplamente cultivados e consumidos globalmente. Com evidências crescentes de benefícios nutricionais por serem ricos em carboidratos, proteínas, fibras e outros nutrientes, esses grãos são potencialmente fontes de novos ingredientes, incluindo amidos. Na indústria de alimentos, os amidos podem ser empregados como ingredientes básicos ou aditivos na melhoria de produtos, melhorando sua apresentação ou conservação. Assim, o objetivo deste estudo foi investigar os amidos não convencionais de duas espécies de feijões no estado de maturação verde, particularmente seu isolamento e sua caracterização. Neste trabalho, os amidos de feijão caupi e de feijão mangalô foram analisados, quanto às características físico-químicas, térmicas, análise de imagem e reológicas. Os amidos foram caracterizados por determinação de umidade, lipídios, cinzas, teor de fósforo, teor de amilose aparente, propriedades da pasta (RVA), capacidade de absorção de água (CAA) e de óleo (CAO), análise de imagem (MEV), FTIR, difração de raios X, propriedades térmicas (TG/DTG e DTA). Na análise centesimal os amidos apresentaram valores de acordo com as normas específicas para amidos nativos. Os teores de amilose foram de 46,85% e 45,32% para caupi e mangalô, respectivamente. A microscopia eletrônica de varredura mostrou grânulos de amidos predominantemente ovais e irregulares para ambos amidos e diâmetros variando de 11,44  $\mu\text{m}$  para amido de feijão caupi e 17,33  $\mu\text{m}$  para amidos de feijão mangalô. O padrão de cristalinidade mostrado por difratometria de raios X para as duas amostras foi tipo C, típico de leguminosas. Na análise da CAA e CAO nos amidos, o amido de feijão mangalô apresentou os maiores valores 92  $\text{g}/100\text{g}^{-1}$  e 64 $\text{g}/100\text{g}^{-1}$ , respectivamente. Na análise de TG/DTG o amido de feijão mangalô demonstrou maior estabilidade térmica que o feijão caupi com picos de fusão nas temperaturas de 324 °C e 319 °C, respectivamente. A viscosidade máxima do amido de feijão mangalô foi maior que a encontrada pra amido de feijão caupi, a mesma correlação foi dada para a temperatura da pasta que variou de 82 °C a 78,7 °C. O amido de feijão apresentou maior tendência de retrogradação e maior estabilidade térmica que o amido de caupi. As conclusões gerais mostram que o método de extração do amido adaptado nesta a investigação foi uma abordagem prática, produzindo amidos brancos relativamente puros. As características dos dois tipos de amidos de leguminosas mostraram muitas semelhanças, mas algumas variações nas propriedades, indicando que pode haver diferenças para suas aplicabilidades.

**Palavras-Chave:** Amido, feijão, caupi, mangalô, propriedades físico-químicas.

## ABSTRACT

As a large group of agricultural products, beans are widely grown and consumed globally. With increasing evidence of nutritional benefits, by being rich in carbohydrates, proteins, fibers and other nutrients, sources of new ingredients, including starches. In the food industry, foods can be used as basic ingredients or additives in product improvement, enhancing their presentation or preservation. Amps have not been able to conduct studies with amperes from sources that may cause the inability to produce. Thus, this study was investigated the amids of two species of beans is a state of matating green, particularly its isolation and its characterization. In this work, cowpea and bean starch starches were chemical, thermal semerges, image and rheological analyzes, and an adjustment of their applicability in the food industry. The amides were characterized by oxidation, lipids, ash, phosphorus content, apparent amylose content, mass properties (RVA), water and oil absorption capacity, image analysis (SEM), FTIR, X-ray diffraction, properties (TG / DTG and DTA). In the centesimal analysis of the starches, the values according to the norms specific for native starches. The amylose contents were 46.85% and 45.32% for cowpea and mangrove, respectively. Scanning electron microscopy increased the levels of starches and grains by 11.44  $\mu\text{m}$  for cowpea starch and 17.33  $\mu\text{m}$  for mangalô bean starches. The crystallinity pattern has been used by X-ray diffraction for the two type C samples, which is typical of legumes. The starch of water absorption capacity and the oil in the starches, the mangal bean starch are the highest values 92 g / 100g-1 and 64g / 100g-1, respectively. In the TG / DTG analysis the starch and mangalô beans showed higher thermal stability than the cowpea with temperature spices of 324 °C and 319 °C, respectively. The maximum viscosity of mangalô bean starch was higher than that found for cowpea starch, as well as for the mass temperature ranging from 82 ° C to 78.7 ° C. The starch of diamonds has a greater tendency of retrogradation and greater thermal stability than the starch of cowpea. The overall conclusions are that the starch extraction method adapted in this investigation was a practical approach, producing relatively pure, white starches. The characteristics of the two types of legume starches are adjusting to the variations of style, but are guaranteed variations in the properties, and there are differences in their applicability.

**Keywords:** starch, bean, cowpae, lablab bean, physicochemical properties.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Microfotografia de grânulos de amido nativo de leguminosas. (A) Amido de lentilha. (B) Amido de ervilha. (C) Amido de feijão preto. ....	25
Figura 2. Microfotografia do cloroplasto contendo grânulos de amido. ....	27
Figura 3. Estrutura química da amilose .....	28
Figura 4. Representação esquemática da conformação em hélice da amilose. ....	29
Figura 5. Ligações $\alpha$ -(1-4) e $\alpha$ -(1-6) na amilopectina .....	31
Figura 6. Classificação das cadeias da amilopectina do tipo A, B e C.....	32
Figura 7. Representação diagramática da estrutura lamelar de um grânulo de amido. (A) Pilhas de lamelas microcristalinas separadas por anéis de crescimento amorfo. (B) Vista ampliada das regiões amorfas e cristalinas. (C) As estruturas helicoidais duplas formadas por cadeias adjacentes de amilopectina dão origem a lamelas cristalinas. Os pontos de ramificação constituem as regiões amorfas. ....	34
Figura 8. Difratoograma de raios-X obtidos para amidos com padrão de cristalinidade dos tipos A, B e C.igura 6. ....	36
Figura 9. Gelatinização do amido vs perda da birrefringência (Microscopia óptica em suspensão de amido a 1% vs imagem correspondente a amostra observada em luz polarizada) .....	38
Figura 10. Curva de viscosidade típica de RVA mostrando os parâmetros comumente analisados. ....	40
Figura 11. Representação esquemática das mudanças que ocorrem em uma solução de amido-água durante o aquecimento, o resfriamento e o armazenamento. (A) Grânulos de amido nativos; (B) gelatinização, associada ao inchaço, lixiviação da amilose e ruptura parcial de grânulo; (C) formação de uma pasta de amido; (D) retrogradação: formação de uma rede de amilose (retrogradação de gelificação/amilose) durante o resfriamento da pasta de amido; (E) e formação ordenada ou moléculas de amilopectina cristalina (retrogradação de amilopectina) durante o armazenamento. ....	41
Figura 12. Estabilidade do gel de amido de feijão caupi.....	62
Figura 13. Micrografia eletrônica de varredura (MEV) (em ampliação $\times$ 1000) de amido nativo de feijão caupi.....	63
Figura 14. Espectro FTIR do amido de feijão caupi .....	64

Figura 15. Perfil do amido de feijão caupi nas curvas de TG (—), DTG (---) e DTA (—). ....	65
Figura 16. Viscoamilografia da pasta do amido de feijão caupi .....	67
Figura 17. Imagem da espécie de feijão e seu amido isolado. (A) Feijão mangalô no estágio de maturação verde. (B) Amido de feijão mangalô.....	77
Figura 18. Estabilidade do gel de amido de feijão mangalô.....	83
Figura 19. Micrografia eletrônica de varredura (MEV) (em ampliação × 1000) de amido nativo de feijão mangalô.....	85
Figura 20. Difratoograma de Raios-X de amido de feijão mangalô.....	87
Figura 21. Espectro FTIR do amido de feijão mangalô .....	88
Figura 22. Perfil do amido de feijão mangalô nas curvas de TG (—), DTG (---) e DTA (—).	89
Figura 23. Viscoamilografia da pasta do amido de feijão mangalô .....	91

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Composição centesimal (g. 100 g <sup>-1</sup> ) do feijão caupi ( <i>Vigna unguiculata</i> (L.) Walp) em base seca .....	22
Tabela 2. Composição centesimal (g / 100 g) do feijão mangalô ( <i>Lablab purpureus</i> (L.) Sweet) .....	24
Tabela 3. Algumas características de amido de leguminosas comparadas com outras fontes botânicas .....	25
Tabela 4. Teores de amilose de diferentes fontes botânicas .....	30
Tabela 5. Composição química do amido de feijão caupi e amidos de outras fontes botânicas .....	59
Tabela 6. Propriedades de pasta por RVA do amido de feijão caupi .....	68
Tabela 7. Composição química do amido de feijão mangalô e amidos de outras fontes botânicas .....	81
Tabela 8. Propriedades de pasta por RVA do amido de feijão mangalô .....	92

## LISTA DE ABREVEATURAS E SIGLAS

°C	Graus Celsius
2 $\theta$	Ângulo Bragg
AR	Amido resistente
CAA	Capacidade de absorção em água
CAO	Capacidade de absorção em óleo
cP	Centipoise
DP	Polimerização
DRX	Difração de Raios X
DTA	Análise Térmica Diferencial
DTG	Termogravimetria Derivada
FTIR	Espectroscopia na Região do Infravermelho com Transformada de Fourier
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
mg	Miligrama
min	Minuto
mL	Mililitro
nm	Nanômetros
RVA	<i>Rapid Visco Analyser</i>
TG	Termogravimetria
Mm	Micrômetro

## SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO</b> .....	18
<b>2. OBJETIVOS</b> .....	19
2.1 GERAL.....	19
2.2 ESPECÍFICOS .....	19
<b>3. CAPITULO I - REVISÃO DE LITERATURA</b> .....	20
3.1 O FEIJOEIRO .....	20
3.2 FEIJÃO CAUPI ( <i>Vigna unguiculata</i> (L.) Walp).....	21
3.3 FEIJÃO MANGALÔ ( <i>Lablab purpureus</i> (L.) Sweet).....	23
3.4 AMIDO DE LEGUMINOSAS.....	24
3.4.1 CARACTERÍSTICAS GERAIS DO AMIDO.....	26
3.4.1.1 AMIOLOSE .....	28
3.4.1.2 AMILOPECTINA .....	30
3.4.1.3 COMPONENTES MENORES DO AMIDO .....	33
3.4.2 ESTRUTURA CRISTALINA DO AMIDO.....	34
3.4.3 INTERFERÊNCIA DA CRISTALINIDADE.....	35
3.4.4 GELATINIZAÇÃO.....	36
3.4.5 PROPRIEDADES REOLÓGICAS DO AMIDO.....	38
3.4.5.1 RETOGRADAÇÃO .....	40
3.4.5.2 AMIDO NA INDÚSTRIA .....	<b>Erro! Indicador não definido.</b>
REFERÊNCIAS .....	42
<b>4. CAPÍTULO II – EXTRAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DO AMIDO DE FEIJÃO CAUPI (<i>Vigna unguiculata</i> L. Walp.) NO ESTÁGIO DE MATURAÇÃO VERDE</b> .....	53
4.1 INTRODUÇÃO.....	54
4.1. MATERIAL E MÉTODOS.....	55
4.2.1 Materiais .....	55
4.2.2 Extração do amido.....	55
4.2.3 Composição química .....	56
4.2.4 Densidade absoluta do amido .....	56
4.2.5 Teor de amilose aparente.....	57
4.2.6 Capacidade de absorção de água e de óleo.....	57
4.2.7 Ciclo de congelamento e descongelamento.....	57
4.2.8 Microscopia Eletrônica de Varredura.....	58
4.2.9 Espectroscopia de absorção na região do infravermelho (FTIR) .....	58
4.2.10 Análise Termogravimétrica .....	58
4.2.11 Análise reológica – <i>Rapid Visco Analyser</i> (RVA) .....	58
<b>4.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	59

4.3.1	Composição química do amido .....	59
4.3.2	Densidade absoluta do amido .....	60
4.3.3	Teor de amilose aparente .....	60
4.3.4	Capacidade de absorção de água e óleo.....	61
4.3.5	Estabilidade de congelamento e descongelamento.....	61
4.3.6	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) .....	63
4.3.7	Espectroscopia na Região Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR).....	64
4.4.8	Análise Termogravimétrica.....	65
4.3.9	Propriedades Reológicas do amido.....	66
4.4	CONCLUSÃO.....	68
	<b>REFERÊNCIAS</b> .....	69
<b>5.</b>	<b>CAPÍTULO III – PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS E FUNCIONAIS DE AMIDO DE FEIJÃO MANGALÔ (<i>Lablab purpureus</i> L.)</b> .....	74
5.1	INTRODUÇÃO.....	75
5.2	MATERIAL E MÉTODOS.....	76
5.2.1	Materiais .....	76
5.2.2	Extração do amido .....	77
5.2.3	Composição Química .....	77
5.2.4	Densidade absoluta do amido .....	78
5.2.5	Teor de amilose aparente .....	78
5.2.6	Capacidade de absorção de água e de óleo.....	78
5.2.7	Ciclo de congelamento e descongelamento.....	79
5.2.8	Microscopia Eletroniva de Varredura.....	79
5.2.9	Análise de Potencial Zeta .....	79
5.2.10	Difração de Raios-x (DRX).....	79
5.2.11	Espectroscopia de absorção na região do infravermelho (FTIR) .....	79
5.2.12	Análise Termogravimétrica .....	80
5.2.13	Análise reológica – <i>Rapid Visco Analyser</i> (RVA) .....	80
5.3	RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	80
5.3.1	Composição química do amido .....	80
5.3.2	Densidade absoluta .....	82
5.3.3	Teor de amilose aparente.....	82
5.3.4	Capacidade de absorção de água e óleo.....	82
5.3.5	Estabilidade de congelamento e descongelamento.....	83
5.3.6	Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) .....	84
5.3.7	Potencial Zeta e Índice de Polidispersividade .....	85
5.3.8	Difração de Raios X .....	85

5.3.9 Espectroscopia na Região Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR).....	87
5.3.10 Análise Termogravimétrica .....	88
5.3.11 Propriedades da pasta (RVA) .....	90
5.4 CONCLUSÃO .....	92
<b>REFERÊNCIAS .....</b>	<b>94</b>



## 1. INTRODUÇÃO

Como matéria-prima, o amido tem aplicações que vão desde a textura e consistência aos alimentos, à também fabricação de papel, adesivos e embalagens biodegradáveis. O amido é um ingrediente funcional mais frequentemente utilizado na indústria alimentar, como por exemplo, espessante, estabilizador, agente gelificante e outros setores. A produção mundial de amido é de 2 bilhões de toneladas por ano (FAO, 2017). As fontes mais importantes de amido são de milho, trigo, arroz, batata e mandioca. Porém, a crescente demanda por amidos na indústria criou interesse em novas fontes deste polissacarídeo, tais como folhas, sementes de leguminosas e frutas, visando buscar características especiais que proporcionem potenciais usos industriais (WATERSCHOOT, et al., 2015; MALUMBA, et al., 2016).

As propriedades mais importantes a considerar na determinação dos usos de amido em sistemas alimentares e outras aplicações industriais são físico-químicas, como gelatinização e retrogradação e funcionais, como por exemplo, solubilidade, inchaço, absorção de água, sinérese e comportamento reológico de pastas e géis. Uma característica fundamental dos amidos nativos de diferentes fontes vegetais é que suas estruturas granulares e moleculares influenciam suas propriedades físico-químicas e funcionais (MALUMBA, et al., 2016).

Atualmente, amidos de cereais, tubérculos e leguminosas têm sido amplamente estudados devido à fácil disponibilidade, inércia, biodegradabilidade, não toxicidade e propriedades físico-químicas adequadas. Além disso, essas características, juntas, regulam o imenso potencial agroindustrial do amido. Predominantemente, o amido aumenta a retenção de umidade e, subsequentemente, regula a atividade de água em alimentos (WANG; REDDY; XU, 2018).

As leguminosas por sua vez, são ricas em carboidratos, o que as torna uma potencial fonte de amido. Entre as leguminosas, os feijões destacam-se por ser um dos alimentos mais consumidos em todo o mundo, devido ao seu alto valor nutricional, ricos em proteínas e carboidratos (SANDHU; LIM, 2008; FABBRI, et al., 2016). A Bahia ocupa a quarta posição entre os principais Estados produtores de feijão no Brasil. Entre as espécies produzidas na Bahia, o feijão caupi (*Vigna unguiculata*) e o mangalô (*Lablab purpureus*) destacam-se por sua importância socioeconômica para as famílias das regiões Norte e Nordeste do Brasil. Essas espécies ainda são consideradas pequenas culturas e estão no rol de alimentos da agricultura familiar (SANTOS, et al., 2017).

O presente estudo teve como objetivo extrair e caracterizar as propriedades físico-químicas e funcionais dos amidos isolados de feijão caupi (*Vigna unguiculata*) e de feijão mangalô (*Lablab purpureus*) no estágio de maturação verde.

## 2. OBJETIVOS

### 2.1 GERAL

Caracterizar os amidos extraídos das sementes de feijão caupi (*Vigna unguiculata*) e mangalô (*Lablab purpureus*).

### 2.2 ESPECÍFICOS

#### **Extração**

- Extrair os amidos nativos de feijão caupi (*Vigna unguiculata*) e feijão mangalô (*Lablab purpureus*).

#### **Caracterização**

- Determinar composição centesimal do extrato amiláceo;
- Determinar teor de amilose aparente e densidade dos amidos nativos;
- Avaliar a morfologia dos grânulos utilizando o equipamento de microscopia eletrônica de varredura (MEV);
- Verificar a tendência de aglomeração e o padrão de distribuição dos grânulos;
- Caracterizar o amido quanto á cristalinidade A, B ou C utilizando a técnica de difração de raios-X (DRX);
- Analisar os grupos funcionais e de ligações presentes na amostra por meio da técnica de FTIR;
- Avaliar a estabilidade térmica dos amidos de feijão através das análises termogravimétricas (TG-DTA);
- Verificar as propriedades dos amidos dos feijões em estudo, quanto á capacidade de absorção de água e óleo e viscosidade.

### 3. CAPITULO I - REVISÃO DE LITERATURA

#### 3.1 O FEIJOEIRO

A espécie *Phaseolus vulgaris* L. (feijoeiro-comum), é classificada como a principal leguminosa alimentícia cultivada em todo mundo (SANTOS; GAVILANES, 2006; SATHE, 2016). No Brasil, a cultura do feijão comum tem grande importância tanto econômica quanto social. O feijão destaca-se como importante fonte proteica na dieta alimentar brasileira, sendo considerado alimento básico de maior relevância das populações rurais e urbanas. É cultivado nos mais variados tipos de solo, clima e sistemas de produção, tais como o cultivo solteiro, consorciado ou, ainda, intercalado com uma ou mais espécies (YOKOYAMA; BANNO; KLUTHCOUSKI, 1996).

O feijoeiro comum são plantas classificadas taxonomicamente pertencentes à família *Fabaceae*, anteriormente conhecida como *Leguminosae*. A família Fabaceae compreende mais de 650 gêneros e cerca de 18.000 espécies. Destas espécies, cerca de vinte são utilizadas na alimentação humana (NTATSI, et al., 2018; SANTOS; GAVILANES, 2006).

A origem do feijão ainda é algo indefinido, tendo três centros principais de origem: Mesoamerica, Centro Andino Sul e Centro Andino Norte (DEBOUCK, 1986). Segundo Bitocchi, et al. (2012), a origem do feijão comum é claramente localizada na região Mesoamericana (México), sendo domesticado na região Andina (América do sul).

Os grãos de feijão podem ser utilizados tanto na dieta humana quanto no uso da preparação de alimentos para animais. Sua composição representa uma rica fonte de proteínas, carboidratos, fibras e micronutrientes, especialmente ferro, zinco e pró-vitamina A; e possui compostos potencialmente preventivos de doenças e promotores da saúde, tais como compostos fitoquímicos (ZARGAR, et al., 2017). Os fitoquímicos mais relevantes desta leguminosa incluem compostos fenólicos, que estão ligados à atividade antioxidante, efeitos antimutagênicos e anticarcinogênicos (RAMÍREZ-JIMÉNEZ, et al., 2015).

O Brasil se destaca por ser o maior produtor e consumidor de feijão do mundo, com participação superior a 90% na produção e no consumo, o que torna pequeno o excedente exportável (CONAB, 2017a; USDA, 2010).

O consumo médio alimentar de feijão no Brasil teve uma estimativa per capita em 2011/12 de 14,98 kg/hab/ano (SEAB, 2012), e deve se manter indeclinável, segundo as projeções de agronegócio ao longo prazo, durante o período que abrange os anos de 2016/17 a 2026/27 (MAPA, 2017). De acordo com dados do IBGE (2017), para safra total de 2017, a

estimativa nacional de produção de feijão alcançou 3,3 milhões de toneladas, enquanto a produção mundial gira em torno de 16 milhões de toneladas (FAO, 2007).

No Brasil, o maior produtor de feijão encontra-se no estado do Paraná (CONAB, 2017b), seguido de Minas Gerais, Bahia, Goiás, Mato Grosso e São Paulo. Juntos respondem em média por 72% da produção nacional (DERAL, 2016).

A Bahia estar entre os principais Estados produtores de feijão no Brasil. Com respeito à área plantada, o Estado da Bahia encontra-se em segundo lugar. A Região Nordeste destaca-se como a maior consumidora, considerando todas as espécies de leguminosas cultivadas, com destaque para o feijão comum (*Phaseolus vulgaris* L.), considerada cultura de escala. As espécies *Vigna unguiculata* (caupi) e *Labiab purpureus* (mangalô) são consideradas pequenas culturas e estão no rol de alimentos da agricultura familiar (SANTOS, et al., 2017).

### 3.2 FEIJÃO CAUPI (*Vigna unguiculata* (L.) Walp)

A espécie *Vigna unguiculata* é uma leguminosa comestível pertencente à família Fabaceae (HAMID, et al., 2016). Caracteriza-se também por ser uma planta herbácea, autógama e com ciclo vegetativo anual, que pode atingir uma altura de 60 a 90 cm, dependendo do genótipo (FREIRE FILHO et al., 2005; SHARASIA; GARG; BHANDERI, 2017). Apresenta grande rusticidade e excelente adaptação às condições de seca (APEA-BAH, et al., 2017).

Esta espécie de leguminosa é uma das culturas mais antigas conhecidas pelo homem. Sua origem e domesticação ocorreram na África, e foi introduzida no Brasil na segunda metade do século XVI pelos colonizadores portugueses provavelmente pelo estado da Bahia. Atualmente, é uma leguminosa amplamente adaptada e cultivada em todo o mundo (GÓMEZ, 2004; FREIRE FILHO et al., 2005).

A espécie *Vigna unguiculata* (L.) Walp, possui, no Brasil, uma série de nomes vulgares, que variam desde "feijão", simplesmente, a outras nomenclaturas, principalmente nas regiões Norte e Nordeste, onde se concentra a exploração dessa espécie. Entre os nomes mais populares, estão: feijão caupi, feijão macassar, feijão de corda, feijão de moita, feijão vigna, feijão de praia. A palavra caupi é a nomenclatura científica mais aceita internacionalmente, a qual se trata da adaptação da palavra *cowpae* (FREIRE FILHO, et al., 1983).

O feijão caupi tem grande importância, tanto como alimento quanto como gerador de emprego e renda. Constitui um componente alimentar básico das populações rurais e urbanas

das regiões Norte e Nordeste do Brasil. A produção mundial de feijão-caupi em 2014 foi aproximadamente 5,6 milhões de toneladas, produzidas em 12,5 milhões de hectares, já a estimativa da produção nacional de feijão caupi foi de 482.665 toneladas colhidas em 1.202.491 hectares. Dentre os estados os brasileiros, a região Nordeste destaca-se como a maior produtora e consumidora desta leguminosa (BASTOS, 2016).

No Brasil, os feijões destacam-se em três segmentos de mercado: grãos secos, feijão verde (vagem ou grão imaturo) e sementes. (BASTOS, 2016). O feijão-verde é um segmento de mercado muito importante, de grande volume, sobre o qual há poucas informações. Tanto a produção quanto a comercialização ocorrem em torno dos centros urbanos. Em virtude de seu sistema de produção exigir muito trabalho manual, principalmente na colheita e na debulha, é um mercado em que predomina a agricultura familiar. As vagens verdes e os grãos verdes, a granel, são comercializados em feiras livres; por outro lado, os grãos verdes embalados são comercializados em mercearias e supermercados (FREIRE FILHO, 2011).

Dos diferentes produtos agrícolas encontrados nas regiões Norte e Nordeste do Brasil, o caupi se destaca pelo seu alto valor nutritivo, adaptabilidade e versatilidade a diferentes condições de produção, além de exibir baixo custo de produção. Suas sementes frescas ou secas e vagens são comumente utilizadas para consumo humano, constituindo-se em um dos principais alimentos proteicos e energéticos da população rural (MARSARO Jr; VILARINHO, 2011; SILVA, et al., 2018; SHARASIA; GARG; BHANDERI, 2017).

As sementes de feijão caupi caracterizam-se por serem ricas em proteínas, carboidratos, vitaminas e minerais essenciais para a nutrição humana (NASSOUROU, et al., 2017). Dentre os componentes mais abundantes encontrados no feijão caupi, estão as proteínas e os carboidratos, sendo o amido o principal carboidrato de reserva presente no feijão, com cerca de 52g / 100 g<sup>-1</sup>(Tabela 1) (ADEBOOYE; SINGH, 2008).

Tabela 1. Composição centesimal (g 100 g<sup>-1</sup>) do feijão caupi (*Vigna unguiculata* (L.) Walp) em base seca

<b>Componentes</b>	<b>Feijão caupi</b>
Umidade	6,0 ± 0,16
Proteínas	24,5 ± 0,47
Lipídios	2,2 ± 0,02
Cinzas	2,6 ± 0,05
Carboidratos	51,4 ± 0,63

Valores expressos em média ± de desvio padrão de três determinações independentes.

Fonte: FROTA; SOARES; ARÊAS, 2008.

Os grãos verdes possui alta perecibilidade. O grande desperdício de alimentos ocorre, geralmente, devido ao fato das matérias primas de agroindústrias serem perecíveis, havendo,

portanto perdas significativas durante a colheita, o transporte e a comercialização (FURTUNATO, et al., 2000). Desta forma, a extração do amido seria uma forma de aproveitamento da matéria prima, viabilizando possíveis aplicações tecnológicas para minimizar essas perdas.

### 3.3 FEIJÃO MANGALÔ (*Lablab purpureus* (L.) Sweet)

O *Lablab purpureus* é uma espécie de feijão pertencente à família Fabaceae. Apresenta-se como uma leguminosa forrageira de ciclo vegetativo anual, com forma de crescimento herbáceo, do tipo trepador que pode atingir de 80 a 100 cm. Esta espécie é caracterizada por apresentar bom desempenho mesmo em condições adversas de solo e clima (VILELA, 1998; HENDRICKSEN; MINSON, 1980; SOUZA; SOUZA; FALEIROS, 1992; MURPHY; COLUCCI, 1999).

Acredita-se que esta espécie seja nativa da Índia, do Sudeste Asiático ou da África (RAI, et al., 2011). Entretanto relatos apontam que as formas selvagens desta leguminosa tenham se originado na Índia (DEKA; SARKAR, 1990) e foram introduzidas na África e sudeste da Ásia durante o século VIII (MURPHY; COLUCCI, 1999). Atualmente, esta espécie é amplamente cultivada em várias regiões tropicais e subtropicais onde foi se adaptando devidamente às condições climáticas (BENEVIDES, et al., 2017).

Esta espécie de leguminosa é considerada uma potencial fonte multifuncional, pois pode ser utilizada tanto para alimentação humana (sementes e as vagens imaturas), quanto como adubo verde (restauração da fertilidade do solo), forragem (alimento animal), no controle de ervas daninhas e como uma cultura de cobertura para evitar a erosão do solo (CHATTOPADHYAY; DUTTA, 2010; WANG, et al., 2007). As vagens desta leguminosa geralmente contêm 4-6 sementes de cores variadas (branca, vermelha, marrom, preta e creme) e tamanhos distintos (SONALI; MANJU; ASHWIN, 2015).

A espécie *Lablab purpureus*, anteriormente classificada como *Dolichos lablab*, é conhecida por diversos nomes em diferentes partes do mundo, como, lab-lab bean (Austrália), frijol jacinto (Colômbia) e feijão indiano (Indonésia) (MURPHY; COLUCCI, 1999; SUBAGIO, 2006). No Brasil, a leguminosa recebe outras denominações, como mangalô, feijão jacinto, orelha-de-padre e feijão-de-pedra (SANTOS, et al., 2017). Na Bahia, é nomeada como feijão mangalô, a qual subdivide em duas espécies mais conhecidas: as que apresentam sementes de cores parda escura e as que apresentam sementes brancas, cujos caroços são consumidos quando verdes ou maduros (SONDAR, 1930).

O feijão mangalô é um vegetal nutritivo cultivado para o consumo das vagens e sementes verdes (SMITH, 1976). As sementes do feijão mangalô, normalmente, são consumidas no estágio de maturação verde (vargem) cozida (BENEVIDES, et al., 2017). Suas vagens verdes e grãos secos são ricos em carboidratos e proteínas o que pode ser considerada uma boa fonte de nutrientes essenciais ao organismo humano (KAY, 1975; SOUZA; SOUZA; FALEIROS, 1992). A composição centesimal das sementes do feijão mangalô é apresentada na Tabela 2.

Tabela 2. Composição centesimal (g / 100 g) do feijão mangalô (*Lablab purpureus* (L.) Sweet)

<b>Componentes</b>	<b>Amostra</b>
Umidade	9,00
Proteínas	20,19
Lipídios	2,23
Cinzas	5,72
Carboidrato	57,73

Fonte: SOUZA; SOUZA; FALEIROS (1992).

Uma das principais limitações do consumo direto de feijão cru em alimentos e rações é a presença de fatores antinutricionais. As sementes do feijão mangalô contêm fatores antinutricionais, como taninos, fitatos e inibidores de tripsina. A atividade destes compostos pode ser reduzida através de métodos de processamento tais como a remoção do revestimento da semente, imersão e cozimento (MURPHY; COLUCCI, 1999).

Na Bahia, o cultivo desta leguminosa é praticamente limitado à agricultura familiar (VILELA, 1998; WUTKE, et al., 2007). Apesar de sua ampla distribuição nos trópicos, o feijão mangalô ainda é considerado negligenciado em termos de pesquisa e desenvolvimento como matéria (NWOKOCHA; SOETANB; WILLIAMS, 2010; AMOLE et al., 2015).

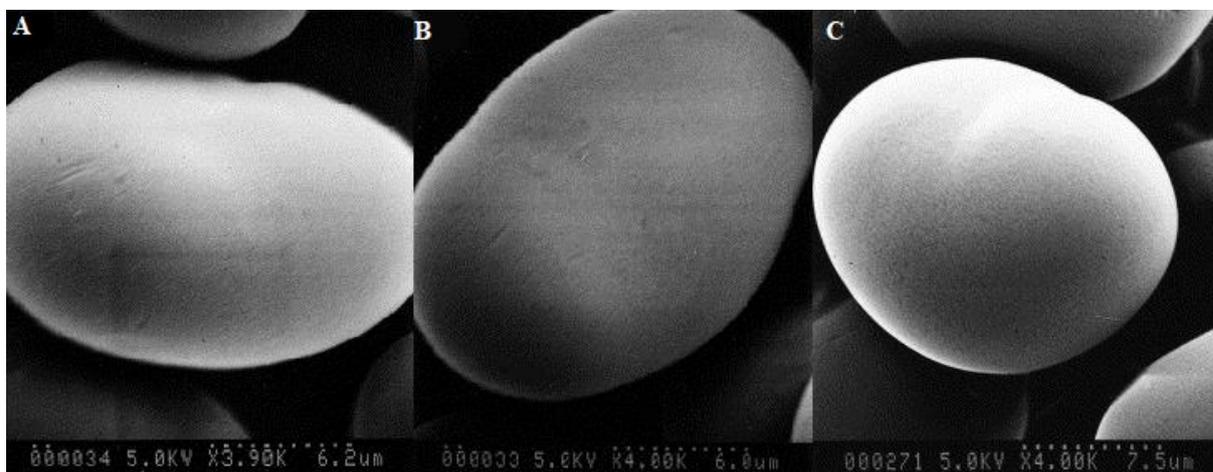
As informações disponíveis mostram que as sementes do feijão mangalô podem ser utilizadas tanto no consumo dos seus grãos, favorecendo a nutrição humana, como também no uso como matéria-prima na fabricação de produtos nutracêuticos e farmacêutico devido às propriedades fitoquímicas (MORRIS, 2009). Além disso, as sementes de leguminosas podem ser fracionadas para obter isolados de amido, já que suas sementes apresentam alta concentração deste carboidrato (GUILLON; CHAMP, 2002).

### 3.4 AMIDO DE LEGUMINOSAS

As leguminosas destacam-se por serem alimentos ricos em proteínas e carboidratos. Os carboidratos totais das leguminosas alimentares variam de 24% a 68%, sendo que o amido

é o carboidrato de maior abundância na semente, o qual pode variar de 22% a 45%. Dentre as características dos amidos de leguminosas pode-se destacar sua alta viscosidade de gel, alta resistência ao inchamento e à ruptura, além do alto conteúdo de amilose (OLIVEIRA, et al., 2009; HOOVER; ZHOU, 2003). Outras propriedades destes amidos, como formato e tamanho granular, estruturas cristalinas e suscetibilidade à sinérese também são conhecidas (DEMIATE, et al., 2016).

O tamanho dos grânulos dos amidos de leguminosas comumente apresentam uniformidade e variam entre  $21,9 \pm 0,14$ -  $16,2 \pm 0,35$   $\mu\text{m}$  (DEMIATE, et al., 2016). Quanto a sua forma, semelhantes a ovoide com superfícies lisas e sem evidência de fissuras ou poros (Figura 1) (GUILLON; CHAMP, 2002; HOOVER; RATNAYAKE, 2002; ZHOU; HOOVER; LIU, 2004).



**Figura 1.** Microfotografia de grânulos de amido nativo de leguminosas. (A) Amido de lentilha. (B) Amido de ervilha. (C) Amido de feijão preto.

Fonte: ZHOU; HOOVER; LIU (2004) com adaptações.

A maioria dos amidos de leguminosas apresenta teor relativamente alto de amilose, cristalinidade tipo C e fortes interações entre as cadeias de amilose (Tabela 3). A forte interação das cadeias entre si promove a saída da água do sistema, o que explica a suscetibilidade a sinérese (GUILLON; CHAMP, 2002; DEL BEM; POLES; SARMENTO, 2011; DENARDIN; SILVA, 2009). Segundo Medina et al. (2014) a estrutura dos cristais dos amidos (tipos: A, B e C) é que diferem no grau de compactação. O tipo C é o mais comum em amidos de leguminosas e o mais resistente à digestão.

Tabela 3. Algumas características de amido de leguminosas comparadas com outras fontes botânicas

Fonte	Padrão de difração de raio X	Teor de amilose (%)
Ervilha	C	31-35
Lentilha	C	-
Grão de bico	C	23,9-27,8
Feijão comum	C	33-35

Feijão fava	C	24
Trigo	A	22,7
Milho	A	22,1
Batata	B	25,0

Fonte: GUILLON; CHAMP (2002)

O amido de leguminosas é referido como amido com bom valor nutricional devido ao conteúdo relativamente alto de amido lentamente digerível e amido resistente, e é caracterizado por conter baixo índice glicêmico (PIECYK, et al., 2012). De fato, as leguminosas são as principais fontes de amido resistente (AR), ou seja, fração do amido que resiste a digestão do intestino delgado (MAHADEVAMMA; THARANATHAN, 2004; CHEN, et al., 2017).

O amido resistente é definido como à soma de amido e produtos de degradação de amido que não foram absorvidos no intestino delgado de humanos saudáveis (ENGLYST; KINGMAN; CUMMINGS, 1992). Amidos resistentes têm atraído grande interesse devido ao seu benefício à saúde e suas propriedades funcionais. Estudos clínicos demonstraram que os amidos resistentes têm propriedades semelhantes a fibras, mostram benefícios fisiológicos em humanos e que podem prevenir doenças (PEREIRA, 2007).

A quantidade de AR depende principalmente de sua origem botânica, sendo essa característica a que determina as variáveis mais importantes para obter AR: a relação amilose/amilopectina, o tipo e arranjo das estruturas parcialmente cristalizadas de amilose, os pesos moleculares médios e distribuição de comprimento das cadeias, e o tamanho de partícula e inibidores de enzima presentes no meio (MEDINA, et al., 2014).

### 3.4.1 CARACTERÍSTICAS GERAIS DO AMIDO

O amido é um carboidrato amplamente distribuído na natureza, só competindo em quantidade com a celulose e a quitina (AGAMA-ACEVEDO; BELLO-PEREZA, 2017). É armazenado como grânulo semicristalino retido nas plantas (CAI; WEI, 2013). Em diversas espécies vegetais, o amido serve como alimento, proporcionando energia em épocas de dormência e germinação. O amido é encontrado nas sementes (Figura 2), raízes e tubérculos, bem como em caules, folhas, frutos e até mesmo no pólen. Apresenta-se na forma de grânulos e podem variar em forma, tamanho, estrutura e composição química, dependendo da origem (ZAVAREZE; DIAS, 2013; ROCHA; DEMIATE; FRANCO, 2008; WITCZAK, et al., 2016).



**Figura 2.** Microfotografia do cloroplasto contendo grânulos de amido.

Fonte: NELSON e COX (2000)

Segundo a Resolução RDC nº 263/2005, o amido é definido como produtos amiláceos extraídos de partes comestíveis de cereais, tubérculos, raízes ou rizomas (BRASIL, 2005). De modo geral, o amido puro é geralmente branco, inodoro, insípido e insolúvel em água fria e em solventes orgânicos (ELMI SHARLINA, et al., 2017).

O amido é o único polissacarídeo produzido em pequenos agregados individuais denominados grânulos (LIU, 2005). Os grânulos de amido apresentam um centro ou também chamado de *hilum*, que é ponto inicial a partir do qual o grânulo de amido cresce, este núcleo tem cerca de 120-400 nm de espessura e pode estar localizado no centro do grânulo ou deslocado lateralmente (MATIGNON; TECANTE, 2017; COPELAND, et al., 2009; CAI; WEI, 2013). A posição do *hilum* no grânulo é utilizada como referência para identificação do material de origem vegetal (SCHOCH; MAYWALD, 1956). Os grânulos de amido possuem alternância semicristalina e camadas amorfas em toda a seção transversal (STODDARD, 2018).

O tamanho dos grânulos dos amidos geralmente variam entre 1 µm a 100 µm e seu formato pode ser redondo, oval, esférico, poliédrico ou de forma irregular. Quanto à distribuição de tamanho de partícula, o amido classifica-se como unimodal, bimodal e trimodal (TESTER; KARKALAS; QI, 2004). De acordo com Lin et al. (2015), diferentes tamanhos dos grânulos de amido refletem significativamente em suas propriedades estruturais e funcionais e também determina a sua aplicabilidade final.

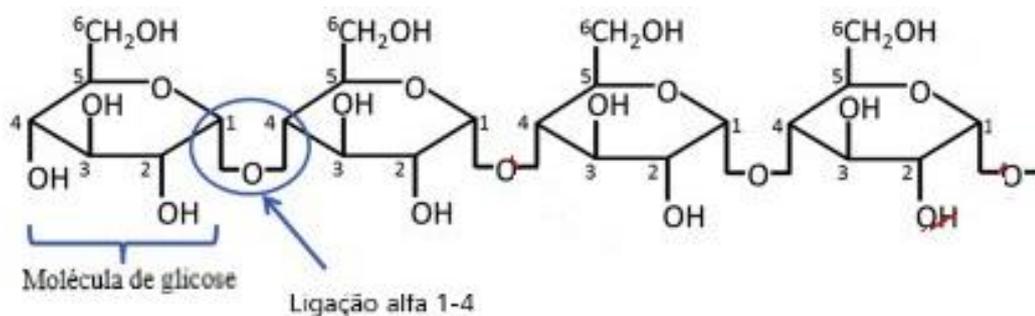
Na indústria, o amido desempenha um papel significativo no desenvolvimento de produtos alimentares, seja como matéria-prima ou como aditivo alimentar. Dentre as propriedades importantes para o uso do amido, inclui espessamento, gelificação e estabilidade

(MANSON, 2009). Essas funções estão diretamente relacionadas ao conteúdo de componentes encontrados no amido, tais como proporção amilose/amilopectina, e teor de componentes menores como, proteínas, fibras, lipídios, minerais (MOORTHY, 2002), essas proporções além de variar de acordo com a fonte botânica, também são distintas na mesma espécie (devido a diferentes condições ambientais de cultivo) e depende também do seu grau na maturação (DENARDIN; SILVA, 2009).

Estruturalmente, os amidos são constituídos principalmente de dois polímeros quimicamente distintos: amilose (linear) e amilopectina (ramificada). O teor de amilose nos grânulos do amido pode variar de 20-30%, enquanto da amilopectina fica em torno de 70-80%, (KHLESTKIN; PELTEK; KOLCHANOV, 2018; SOYKEABKAEW; THANOMSILP; SUWANTONG, 2015). O amido que não possui a amilose (mutação genética) ou tem baixo percentual desta fração, é denominado de amido ceroso (GOUS; FOX, 2017; ŠÁRKA; DVOŘÁČEK, 2017a). A seleção de amido para uso industrial é feita considerando sua disponibilidade e também suas características físico-químicas que são variadas, devido a isso, cada amido natural ou nativo é considerado exclusivo.

### 3.4.1.1. AMILOSE

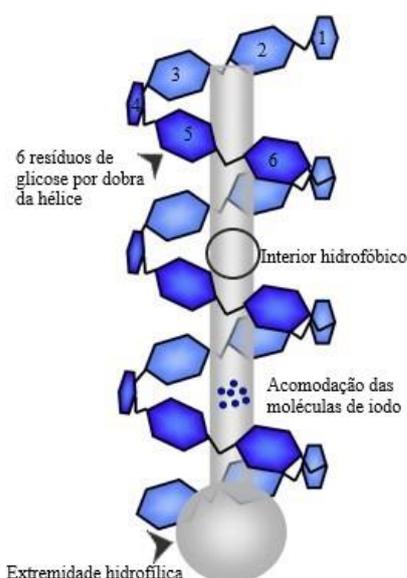
A amilose é um polímero essencialmente linear, composto por unidades de  $\alpha$ -D-glicopirranose ligadas em  $\alpha$ -(1-4), e ligeiramente ramificadas em ligações  $\alpha$ -(1-6) (JANE, et al., 1999; CORRE; ANGELLIER-COUSSY, 2014). Seu peso molecular é de aproximadamente  $10^5$ - $10^6$ , correspondendo a um grau de polimerização (DP) de 1000 a 10.000 unidades de glicose. Menos de 0,5% das glicoses, na amilose, estão em ligações  $\alpha$ -(1-6), resultando em um baixo grau de ramificação e uma estrutura de 3 a 11 cadeias de aproximadamente 200-700 resíduos de glicose por molécula (COPELAND, et al., 2009; LI, et al., 2016).



**Figura 3.** Estrutura química da amilose

Fonte: GOUS e FOX (2017) com adaptações

Embora ilustrada (Figura 3) como uma estrutura tipicamente linear, a amilose, na sua forma nativa, é geralmente caracterizada por apresentar uma estrutura helicoidal (Figura 4) com interior hidrofóbico, devido à conformação das unidades de glicose, enquanto as partes polares ou hidrofílicas da amilose estão localizadas fora da hélice (GELDERS, et al., 2004; CUI; OATES, 1999). Apresenta aproximadamente seis moléculas de glicose por giro, dentro da qual é possível acomodar moléculas de iodo, formando um complexo de cor azul intensa (ELIASSON, 1994; COPELAND, et al., 2009). Colin e Claubry descobriram a interação de amido e iodo em 1814 e sua natureza helicoidal foi demonstrada pela primeira vez por Rundle e Baldwin (1943) (PUTSEYS; LAMBERTS; DELCOUR, et al., 2010).



**Figura 4.** Representação esquemática da conformação em hélice da amilose.

Fonte: PUTSEYS; LAMBERTS; DELCOUR (2010) com adaptações

Muitas propriedades da amilose podem ser explicadas pela sua habilidade em formar diferentes estruturas moleculares. Os agentes complexantes tais como o iodo, os lipídios, os álcoois, etc. induzem a formação de hélices individuais de amilose. A amilose está presente na estrutura amorfa e parte da amilose está presente como um complexo helicoidal com os lipídios (SOYKEABKAEW; THANOMSILP; SUWANTONG, 2015). Os complexos de inclusão mais conhecidos são os complexos de amilose-lipídios, presentes naturalmente no amido e formados durante o tratamento hidrotérmico ou na gelatinização (GELDERS, et al., 2004; THAKUR, et al., 2017).

Outro fator importante nas propriedades físico-químicas e nas aplicações do amido é a proporção de amilose no grânulo. Por exemplo, o amido com alto teor de amilose tem uma

alta resistência à gelatinização e hidrólise (CAI, et al., 2014). Por consequência, reduz a digestibilidade, pois apresentará uma correlação positiva entre o teor de amilose e a formação de amido resistente (SINGH; DARTOIS; KAUR, 2010).

O teor de amilose nos grânulos de amido varia de acordo com a fonte vegetal de origem, condições climáticas do cultivo, tipo de solo durante o crescimento e grau de maturação, porém, geralmente, encontra-se nos intervalos de 20-30% em amidos normais de cereais (MA, et al., 2017; WEBER; COLLARES-QUEIROZ; CHANG, 2009). Os amidos nativos apresentam conteúdos de amilose de 28% em amido de milho e trigo, 17% em amido de mandioca e arroz, e varia de 17-52% em amidos de sementes de leguminosas (MATVEEV, et al., 2001; HE; WEI, 2017). Os amidos cerosos apresentam em torno de 0.35 (amido de arroz) a 3,92% (amido de batata) de amilose, e podem variar de acordo com metodologia empregada, já que se trata de amidos modificados (KLAOCHANPONG, et al., 2017).

As características físico-químicas e suas propriedades podem ser em sua maior parte explicadas pelos teores de amilose. No Tabela 4 é possível visualizar os teores de amilose de amidos nativos de diferentes fontes botânicas, os quais foram determinados por diferentes autores e apresentados resumidamente nos trabalhos de Betancur, et al. (2001) e Takizawa, et al. (2004).

Tabela 4. Teores de amilose de diferentes fontes botânicas

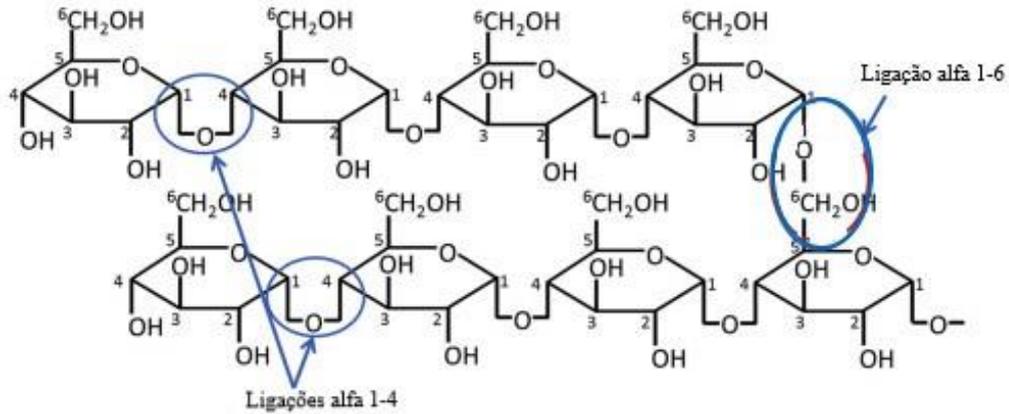
<b>Fonte</b>	<b>Amilose (%)</b>
Milho <sup>a</sup>	28,0
Arroz <sup>a</sup>	17,0
Batata <sup>a</sup>	21,0
Batata doce <sup>b</sup>	19,1
Mandioca <sup>b</sup>	18,6
Feijão lima <sup>a</sup>	32,7

Fonte: <sup>a</sup>Betancur, et al. (2001) e <sup>b</sup>Takizawa, et al. (2004)

### 3.4.1.2 AMILOPECTINA

A amilopectina (Figura 5) é o principal componente na maioria dos amidos, trata-se de um polímero com estrutura altamente ramificada que apresenta cerca de 95% de ligações  $\alpha$ -(1-4) e 4-5% de ligações  $\alpha$ -(1-6) (JANE, et al., 1999; KLAOCHANPONG, et al., 2017; DESAM, et al., 2018). Seu peso molecular é de aproximadamente  $10^8$  e o grau de polimerização (DP) pode exceder um milhão de unidades de resíduos de glicose. A maioria dos amidos contém 60-90% de amilopectina, embora existam também amidos bem conhecidos com teor alto de amilose, podendo conter menos de 30% de amilopectina com pontos de ramificação

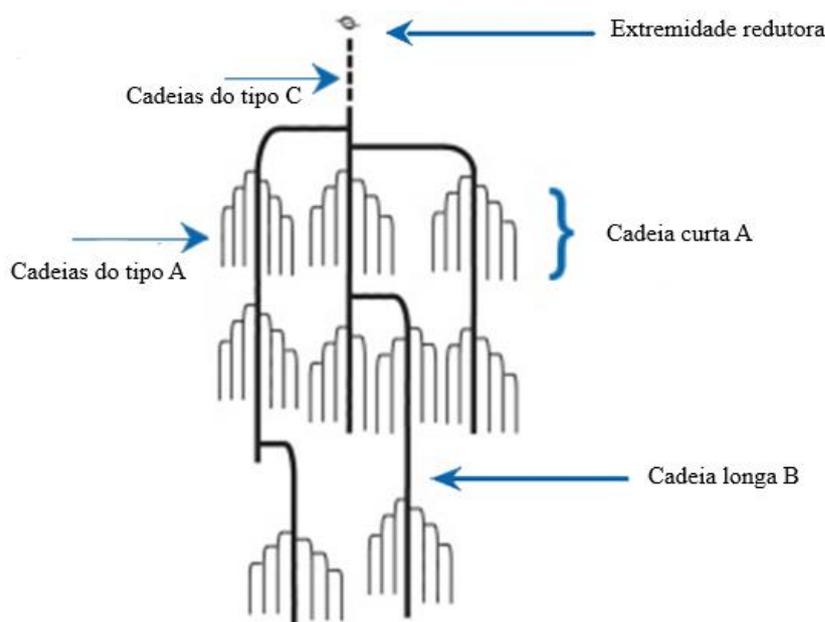
constituídos cada 22-70 unidades de glicose e cadeias pendentes de polimerização ( $DP \approx 15$ , o que são os principais responsáveis pela cristalinidade dos materiais (COPELAND, et al., 2009).



**Figura 5.** Ligações  $\alpha$ -(1-4) e  $\alpha$ -(1-6) na amilopectina

Fonte: GOUS e FOX (2017) com adaptações

As cadeias de amilopectina (Figura 6) estão organizadas de maneiras diferentes, sugerindo uma classificação de cadeias do tipo A, B e C. As cadeias associadas à amilopectina podem ser categorizadas de acordo com seus comprimentos, podendo ser de cadeias longas ( $DP$  6-35) ou curtas ( $DP > 35$ ) e sua posição relativa. As cadeias A são constituídas por pequenos ramos encontrados nas franjas externas da molécula de amilopectina, enquanto as cadeias B são mais longas com um ou mais ramos que ocupam a molécula interna. A cadeia C consiste em um resíduo de glicose terminal redutor e serve como um fator importante na produção das cadeias B. A parte interna da amilopectina com os ramos contribui para a formação das lamelas amorfas dos grânulos, enquanto que as cadeias externas interagem entre si para formar hélices duplas e cristalinidade (ZHANG, et al., 2018; GOUS; FOX, 2017; PÉREZ; BERTOFT, 2010).



**Figura 6.** Classificação das cadeias da amilopectina do tipo A, B e C.

Fonte: VAMADEVAN; LIU (2016), com adaptações

As cadeias de amilopectina são principalmente responsáveis pela cristalinidade do amido (BULÉON, et al., 1998; SOYKEABKAEW; THANOMSILP; SUWANTONG, 2015). O alto grau de organização dentro da amilopectina, uma distribuição não aleatória de cadeias lineares, o posicionamento agrupado de ligações de ramificações e a conformação de dupla hélice entre cadeias laterais paralelas adjacentes contribuem para as características cristalinas das moléculas de amilopectina (JEON, et al., 2010). A amilose, embora linear, não é responsável pela cristalinidade do amido, provavelmente devido ao fato de se conformar na forma de hélice, o que dificulta sua associação regular com outras cadeias (BLANSHARD, 1987).

A proporção da amilopectina no grânulo do amido tem grande influência nas suas características. Amidos com alto teor de amilopectina são conhecidos por apresentarem grande clareza, alto valor de viscosidade máxima e baixas tendências de retrogradação (ŠÁRKA; DVOŘÁČEK, 2017b). Além disso, a amilopectina absorve muita água durante a cocção do amido, sendo a grande responsável pelo inchamento do grânulo. Portanto, amidos ricos em amilopectina são mais solúveis em água a 95 °C do que os que contêm muita amilose (GALLANT; BOUCHET; BALDWIN, 1997). Em presença de solução de iodo, produz um complexo de coloração avermelhada, o que pode causar uma superestimação do teor de amilose no amido quando é determinada por métodos colorimétricos utilizando o iodo (JANE, et al., 1999; GÉRARD, et al., 2001).

A funcionalidade de amido é fortemente influenciada pela proporção de amilose e amilopectina e as quantidades desses componentes podem variar com a origem botânica e a variedade da espécie. Estes dois componentes de amido representam aproximadamente 98-99% de amido (peso seco) (OYEYINKA; OYEYINKA, 2018; COPELAND, et al., 2009). Outros componentes menores, como substâncias orgânicas e inorgânicas também podem ser encontrados no amido, o qual pode interferir em suas propriedades (CEREDA, 1996; COPELAND, et al., 2009).

#### 3.4.1.3 COMPONENTES MENORES DO AMIDO

Além da amilose e amilopectina, existem quantidades pequenas de outros componentes, denominados fração não amilácea, que podem ser encontrado no amido. Os componentes menores como, proteínas, lipídios e fósforo, podem interagir com as cadeias de hidratos de carbono durante o processamento (por exemplo, a reação de *Maillard*) e depois modificar o comportamento dos materiais amiláceos. (FRANCO, et al., 2001; DUFRESNE, 2014; ZHU, 2014; XIE, et al. 2013).

Os lipídios e o fósforo representam os mais importantes componentes internos dos grânulos de amido, sendo característico dos amidos de cereais (TESTER; KARKALAS; QI, 2004). Embora seja um componente menor em peso, os lipídios podem ter um papel significativo na determinação das propriedades do amido. Os lipídios associados com grânulos de amido de cereal isolados ocorrem na superfície, bem como dentro do grânulo e podem estar presentes no estado livre, ligados através de ligações iônicas ou de hidrogênio a grupos hidroxilo, ou ligados na forma de complexos de inclusão de amilose. O teor de lipídios dos amidos nativos está altamente correlacionado com o teor de amilose: quanto maior o conteúdo de amilose, mais lipídios estão presentes (COPELAND, et al., 2009).

As propriedades de processamento do amido também são afetadas pela presença de lipídios ligados que aumentam a temperatura de empastamento e a temperatura de viscosidade máxima, diminui a resistência do gel e a tendência a retrogradação.

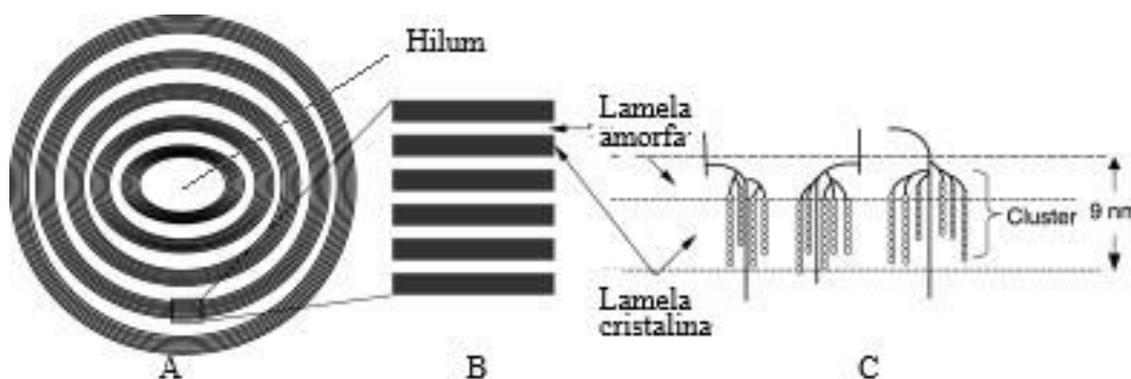
O fósforo é outro componente minoritário presente no grânulo de amido que afeta significativamente suas características funcionais. O fósforo pode ser encontrado em três formas principais: monoésteres de fosfato, fosfolipídios e fosfatos inorgânicos. Os monoésteres de fosfatos estão associados à fração de amilopectina por ligações covalentes, aumentando a clareza e viscosidade da pasta, enquanto a presença de fosfolipídios resulta em pastas opacas e de baixa viscosidade. O teor de fosfolipídios em grânulos de amido está

proporcionalmente relacionado à amilose. Os fosfolipídios tendem a formar complexos com amilose e ramos longos de amilopectina, resultando em grânulos de amido com solubilidade limitada (TESTER; KARKALAS; QI, 2004; ALCÁZAR-ALAY; MEIRELES, 2015).

Outros componentes como proteínas e várias substâncias inorgânicas, podem ser considerados impurezas, uma vez que não estão ligadas covalentemente com os polissacarídeos formadores do grânulo (LACERDA, 2006).

### 3.4.2 ESTRUTURA CRISTALINA DO AMIDO

Os grânulos de amido consistem em anéis de crescimento alternativos amorfos e semicristalinos concêntricos que crescem pela aposição do hilum do grânulo (Figura 7) (CORRE; ANGELLIER-COUSSY, 2014). As regiões cristalinas são formadas por cadeias ramificadas de moléculas de amilopectina e são alternadas com camadas amorfas formadas pela amilose. A espessura das camadas combinadas é de 9-10 nm, independentemente da origem botânica (BLAZEK; GILBERT, 2011). Esta semicristalinidade é conferida pela disposição radial e ordenada das moléculas de amido. As macromoléculas formam ligações de hidrogênio porque estão associadas em paralelo, o que resulta no aparecimento de regiões cristalinas (MUKURUMBIRA, et al., 2017; MATIGNON; TECANTE, 2017; AMAGLIANI, et al., 2016; ZAVAREZE; DIAS, 2013; CORRE; ANGELLIER-COUSSY, 2014) (Figura 7).



**Figura 7.** Representação diagramática da estrutura lamelar de um grânulo de amido. (A) Pilhas de lamelas microcristalinas separadas por anéis de crescimento amorfo. (B) Vista ampliada das regiões amorfas e cristalinas. (C) As estruturas helicoidais duplas formadas por cadeias adjacentes de amilopectina dão origem a lamelas cristalinas. Os pontos de ramificação constituem as regiões amorfas.

Fonte: TESTER; KARKALAS e QI (2004), com adaptações

A determinação da cristalinidade do amido nativo é complexa devido ao pequeno tamanho do cristal e a presença de água. Dois tipos principais de técnicas são comumente usados para determinar a cristalinidade do amido. No primeiro tipo, denominada

cristalinidade relativa, são avaliadas as áreas correspondentes às respectivas contribuições de dispersão amorfa e cristalina. O segundo tipo de técnica (cristalinidade absoluta), se baseia no cálculo da proporção de cristalinidade dentro dos grânulos de amido, utilizando como referências materiais com 0 e 100% de cristalinidade. A referência "0%" representa o material "totalmente amorfo" (por exemplo, material gelatinizado, liofilizado) com a referência "100%" geralmente gerada por uma extensa hidrólise ácida de amido em que todo o material amorfo seja cristalinizado (BULÉON, et al., 1998; TESTER; KARKALAS; QI, 2004).

A difração de raios-X (DRX) é uma das principais técnicas de caracterização estrutural e microestrutural de materiais cristalinos (MURTHY; MINOR, 1990). O fenômeno consiste na interação entre o feixe de raios-X e os elétrons do material, registrando um espectro de intensidade *versus* o ângulo  $2\theta$ , conhecido como padrão de difração. Esta técnica pode revelar a estrutura do grânulo de amido, quantificar a cristalinidade, bem como identificar as diferentes formas polimórficas. Cada material possui seu padrão de difração característico, o que permite a sua identificação (TESTER; KARKALAS; QI, 2004; CULLITY, 1978).

Os amidos nativos geralmente contêm entre 15-45% de material cristalino. Dependendo do seu padrão de difração de raios-X, os amidos são classificados em três principais tipos cristalinos, tipo A, B e C (DUFRESNE, 2014). Amidos com comprimentos de cadeia entre curto e médio exibem um padrão de cristalinidade tipo A, enquanto os padrões B e C são encontrados em amidos com médio e longo comprimento de cadeias, respectivamente (KUAKPEON; WANG, 2001).

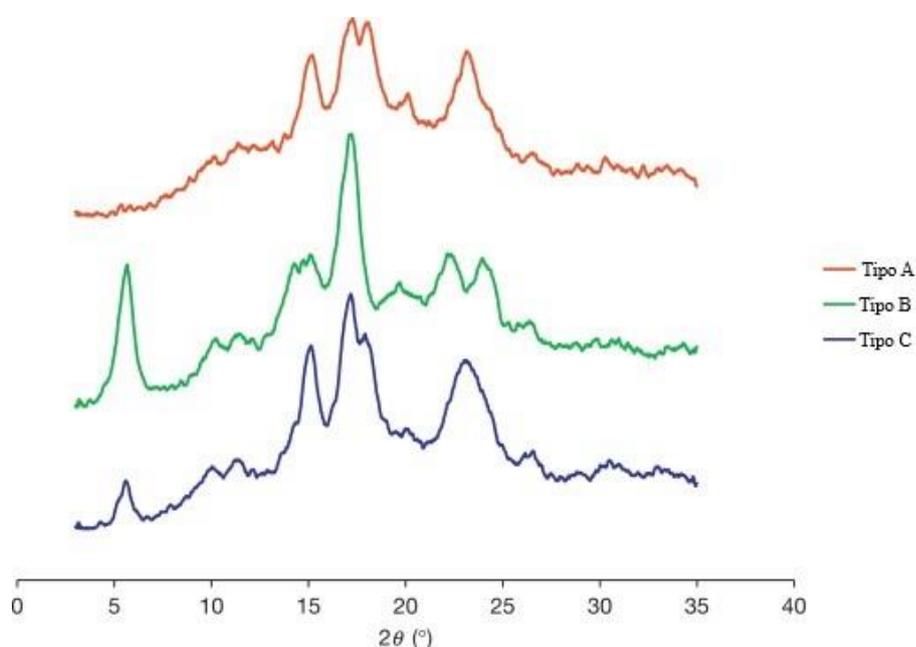
Em geral, o padrão de cristalinidade tipo A é característico de amidos de cereais; o tipo B é típico de amidos de tubérculos e amidos com alto teor de amilose; o tipo C é característico dos amidos de leguminosas, raízes e alguns amidos de frutas (BULÉON, et al., 1998; ZAVAREZE; DIAS, 2013).

### 3.4.3 INTERFERÊNCIA DA CRISTALINIDADE

O padrão de cristalinidade é definido com base em espaços interplanares e a intensidade relativa das linhas de difração de raios-X (ZAVAREZE; DIAS, 2013). Quanto maior a cristalinidade do amido, mais intensos, pontiagudos, e estreitos serão os picos do padrão de difração, formados acima da linha da base. Já as zonas amorfas são visualizadas como picos largos e de baixa intensidade (Figura 8) (EMBUSCADO; HUBER, 2009).

No padrão de difração de raios-X (DRX), o amido de tipo A exibe dois fortes picos de difração  $2\theta$  a cerca de  $15^\circ$  e  $23^\circ$  e um duplete em torno de  $17^\circ$  e  $18^\circ$ , já o amido de tipo B

possui um pico de difração mais forte a cerca de  $17^\circ$ , e poucos picos pequenos em torno de  $15^\circ$ ,  $22^\circ$  e  $24^\circ$ , e um pico característico a cerca de  $5,6^\circ$ . No entanto, o amido de tipo C que é uma combinação de cristalinidade tipo A e B, exibem picos  $2\theta$  em torno de  $5,6^\circ$ ,  $15,3^\circ$ ;  $17,3^\circ$  e  $23,5^\circ$ . Há o quarto tipo de cristalinidade, o tipo V, apresenta picos de intensidade nos ângulos de difração  $2\theta$  em aproximadamente  $12,6^\circ$ ,  $13,2^\circ$  (PARADA; AGUILERA, 2012; HE; WEI, 2017; LIMA, et al., 2012). A característica cristalina da forma V de amilose complexada com ácidos graxos e monoglicerídios, que aparece após a gelatinização do amido e raramente é detectada em amidos nativos (BULÉON, et al., 1998).



**Figura 8.** Difratograma de raios-X obtidos para amidos com padrão de cristalinidade dos tipos A, B e C. Fonte: VAMADEVAN; LIU (2016)

A aparência do padrão de difração de raios-X de amido depende do teor de água dos grânulos durante a medição. Quanto mais hidratado estiver o amido, mais estreito é o padrão de difração até um determinado limite. A água é, portanto, um dos componentes da organização cristalina do amido. A transição cristalina para amorfa ocorre a  $60-70^\circ\text{C}$  em água, esta transição é aplicado para explicar o fenômeno da gelatinização (DUFRESNE, 2014).

#### 3.4.4 GELATINIZAÇÃO

A gelatinização é uma etapa importante para exibir as principais características do amido (LI; YEH, 2001). Em diversos tipos de produtos a gelatinização do amido é necessária, por exemplo, como espessante para alimentos, para dimensionar e revestir papéis, na fixação

de têxteis, uso em lamas de perfuração, formulações adesivas e dentre outras aplicações (ŠÁRKA; DVOŘÁČEK, 2017b).

O aquecimento de suspensões de amido em excesso de água causa uma transição irreversível denominada gelatinização (COPELAND, et al., 2009; BLAZEK; GILBERT, et al., 2011). Por outro lado, quando o amido é aquecido em presença de pequenas quantidades de água, o fenômeno que indica o rompimento de seus grânulos é conhecido como fusão cristalina (SOUZA; ANDRADE, 2000).

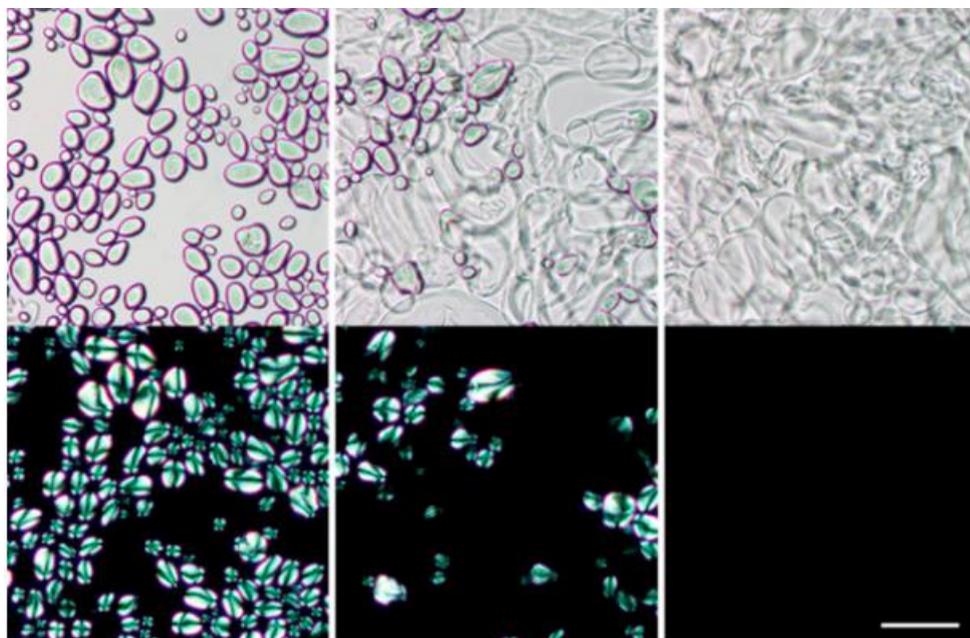
A gelatinização também é definida como fenômeno no qual ocorre a ruptura das ligações intermoleculares da molécula de amido na presença de solvente e calor, permitindo que os locais de ligação de hidrogênio se liguem com o solvente. A ruptura das ligações intermoleculares e consequente ligação de hidrogênio levam ao aumento da viscosidade da solução (HEMAMALINI; DEV, 2018).

A transição de fase acima está associada à difusão de água no grânulo, à absorção de água pela região de fundo amorfa, hidratação e expansão radial dos grânulos de amido, perda de birrefringência, absorção de calor, perda de ordem cristalina, desdobramento e dissociação de duplas hélices e lixiviação de amilose (HOOVER, et al., 2010). O fenômeno relacionado - formação de gel sólido, gelificação - ocorre após o resfriamento do amido gelatinizado (ŠÁRKA; DVOŘÁČEK, 2017b).

Em solução aquosa, o grânulo de amido é birrefringente quando visto microscopicamente sob luz polarizada. A refração pelas suas regiões cristalinas resulta no modelo típico de "Cruz de Malta", o que caracteriza a orientação radial das macromoléculas. Essa propriedade de birrefringência é devida ao alto grau de orientação molecular interna, não tendo qualquer relação com a forma cristalina em particular (DENARDIN; SILVA, 2009). A perda da birrefringência é conhecida como ponto ou temperatura de gelatinização e pode ocorrer em determinada temperatura, gelatinizando primeiramente os grânulos maiores posteriormente os menores (WHISTLER; DANIEL, 1993).

Em um estudo com amido nativo de batata realizado por Carlstedt, et al. (2015), relata com maior clareza sobre o diagrama de fase sobre a gelatinização e perda da birrefringência do amido nativo. O estudo demonstrou que grânulos de amido de batata começam a inchar e perder a sua birrefringência a aproximadamente 50 °C e todos os grânulos são gelatinizados a aproximadamente 70 °C. O inchaço substancial assume uma geometria elipsoidal e os grânulos de amido incham para aproximadamente 50-150 vezes o volume original. Os grânulos de amidos precisaram de aproximadamente 5 minutos a uma temperatura constante

para atingir o inchaço máximo. As imagens de microscopia de grânulos de amido em água a diferentes temperaturas são mostradas na Figura 9.



**Figura 9.** Gelatinização do amido vs perda da birrefringência (Microscopia óptica em suspensão de amido a 1% vs imagem correspondente a amostra observada em luz polarizada)

Fonte: CARLSTEDT et al. (2015)

Sendo a gelatinização do amido um processo de absorção de energia, a mesma pode ser caracterizada por uma endoterma determinada por calorimetria diferencial de varredura (DSC), pela perda da birrefringência, observada pela microscopia óptica (perda da “cruz de malta”), e pelo desaparecimento da cristalinidade observada pelo DRX (GARCIA, et al., 1996).

Uma compreensão detalhada das mudanças estruturais que ocorrem durante a gelatinização de amido, bem como o efeito de diferentes parâmetros, é altamente relevante para vários campos científicos e industriais. Por exemplo, em muitos métodos de processamento de alimentos, como panificação, extrusão de produtos à base de cereais, espessamento e gelificação de molhos, a gelatinização do amido é um fator chave para produzir uma textura ou consistência desejável do produto final.

#### 3.4.5. PROPRIEDADES REOLÓGICAS DO AMIDO

Ao aquecer o amido com água ou qualquer outro solvente, os grânulos de amido individuais absorvem o líquido e resultam em inchaço. Isso leva ao aumento na viscosidade

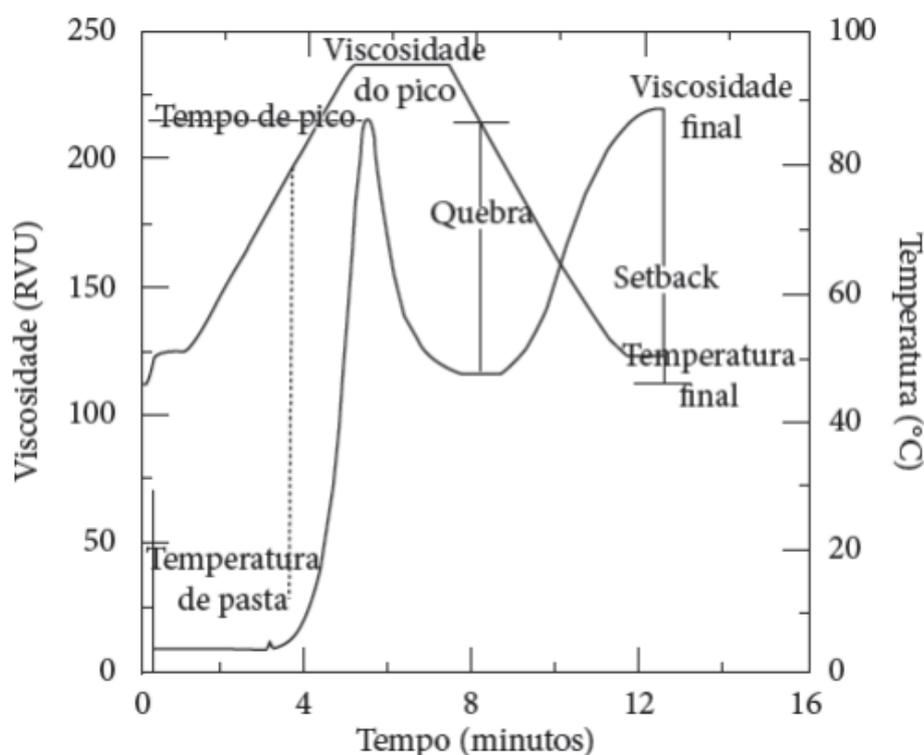
da solução, esta viscosidade exhibe comportamento distinto de acordo com a mudança de temperatura, concentração e taxa de cisalhamento (HEMAMALINI; DEV, 2018).

A viscosidade do amido é tradicionalmente medida por meio das curvas de viscosidade, constituídos através dos viscoamilógrafo ou também chamado de Analisador de Viscosidade Rápida (*rapid visco analyser-RVA*) (SINGH, et al., 2003).

O perfil de empastamento de amidos obtidos por RVA inclui o pico de viscosidade, tempo para atingir este pico, quebra, viscosidade final, temperatura de pasta e *setback* ou tendência a retrogradação que consiste na diferença entre a viscosidade final e a viscosidade mínima (THOMAS; ATWELL, 1999).

A altura do pico em uma determinada concentração reflete a capacidade dos grânulos incharem livremente antes de seu rompimento. Os amidos que são capazes de inchar em alto grau também são menos resistentes à quebra no cozimento e, portanto, exibem reduções de viscosidade significativas após a máxima viscosidade ser atingida (SINGH et al., 2003).

A forma do pico é, no entanto, fortemente influenciada pela concentração inicial da suspensão de amido (SINGH et al., 2003). O aumento da viscosidade durante o período de resfriamento é indicativo não apenas da relação inversa entre a viscosidade e a temperatura das suspensões, mas também da tendência de vários constituintes presentes na pasta quente (grânulos inchados, fragmentos de grânulos inchados e dispersos coloidalmente e moléculas de amido dissolvidas) de se associar ou retrogradar à medida que a temperatura da pasta diminui (Figura 10) (SINGH et al., 2003).



**Figura 10.** Curva de viscosidade típica de RVA mostrando os parâmetros comumente analisados.

Fonte: NEWPORT SCIENTIFIC (1998) com adaptações

Os géis de amido são sistemas metaestáveis e de não equilíbrio e, portanto, sofrem mudanças estruturais durante o armazenamento. Após a gelatinização do amido, quando a temperatura é reduzida à temperatura ambiente, ocorre o rearranjo das moléculas por ligações de hidrogênio, favorecendo a recristalização da molécula. Essas mudanças são afetadas por condições de armazenamento tais como temperatura, tempo e umidade, este processo é conhecido como retrogradação do amido (HOOVER, 2001; AMAGLIANI, et al., 2016).

#### 3.4.5.1. RETOGRADAÇÃO

A retrogradação do amido é um processo no qual as cadeias amilose e amilopectina desagregadas em uma pasta de amido gelatinizada se associam para formar estruturas mais ordenadas. Este é um processo no qual as moléculas de amido em estado amorfo passam por transformação para um estado cristalino mais ordenado. As interações moleculares, principalmente ligação de hidrogênio entre cadeias de amido ocorrem após o resfriamento do gel, proporcionando firmeza ao gel formado (gelificação) (HOOVER, 2001; LI et al., 2016).

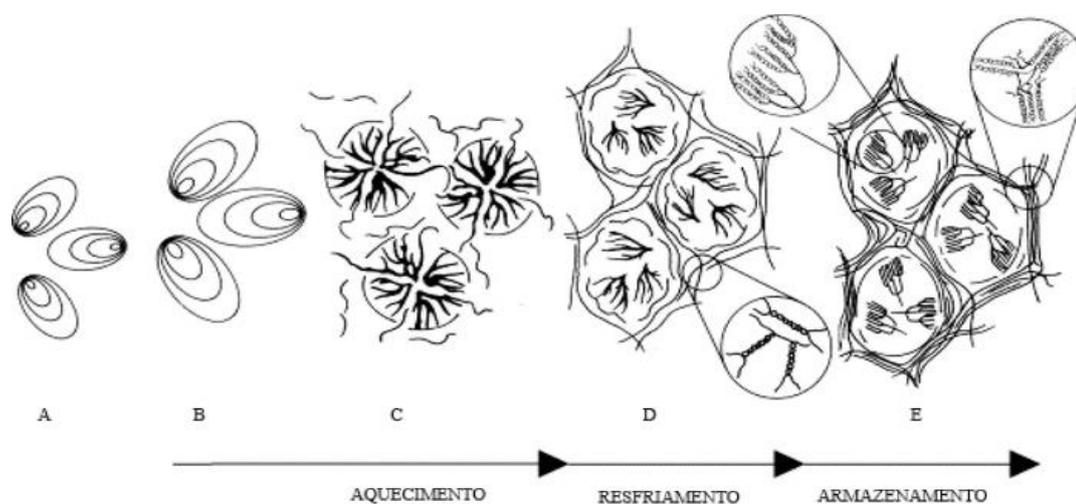
A amilose e a amilopectina desempenham diferentes papéis durante o processo de retrogradação. A transformação pode ser dividida em duas etapas: retrogradação a curto prazo e longo prazo. A retrogradação de curto prazo é causada principalmente pela agregação da

amilose, que ocorre durante o estágio inicial do armazenamento. Já a retrogradação a longo prazo está mais relacionada à recristalização da amilopectina, que geralmente requer um tempo de armazenamento mais longo (LI et al., 2016).

A retrogradação a amilose é considerada um evento o qual propicia uma forte tendência a reassociação por meio da formação de ligações de hidrogênio com outras moléculas de amilose adjacentes, formando estruturas cristalinas de duplas hélices (40 a 70 unidades de glicose). Entretanto, a retrogradação da amilopectina que ocorre durante um período mais longo do que a da amilose está provavelmente relacionada à sua estrutura ramificada. A cristalização da amilopectina ocorre devido ao rearranjo e associação dos ramos curtos mais externos (DP aproximadamente 15) (LI et al., 2016; HOOVER, 2001; WANG et al., 2015).

A retrogradação é dependente da massa molecular dos polímeros envolvidos, sendo maior em cadeias de tamanho médio e grande; as cadeias menores desenvolvem movimento browniano (movimento aleatório das partículas suspensas num fluido), impedindo a formação de associações duráveis (OLIVEIRA, 2011).

Muitos fatores podem afetar a retrogradação de amido, tais como, a concentração de amido, temperatura de armazenamento, temperatura de aquecimento inicial, distribuição de comprimento de cadeia de amilopectina, tamanho molecular de amilose, lipídios, etc. (GUNARATNE; CORKE, 2016). A ilustração das mudanças que ocorrem em uma solução de amido-água durante o aquecimento, resfriamento e armazenamento estão representadas esquematicamente na Figura 11.



**Figura 11.** Representação esquemática das mudanças que ocorrem em uma solução de amido-água durante o aquecimento, o resfriamento e o armazenamento. (A) Grânulos de amido nativos; (B) gelatinização, associada ao inchaço, lixiviação da amilose e ruptura parcial de grânulo; (C) formação de uma pasta de amido; (D) retrogradação: formação de uma rede de amilose (retrogradação de gelificação/amilose) durante o resfriamento da pasta de amido; (E) e formação ordenada ou moléculas de amilopectina cristalina (retrogradação de amilopectina) durante o armazenamento.

Fonte: WANG, et al. (2015) com adaptações

O processo da retrogradação do amido tem sido objeto de uma investigação intensiva nos últimos 50 anos, devido ao seu efeito prejudicial sobre as qualidades sensoriais e de armazenamento para a maioria dos alimentos amiláceos (COZZOLINO, 2016). A retrogradação ocasiona a expulsão de água da rede de polímeros. Este é um processo conhecido como sinérese, a qual uma pequena quantidade de água surge em cima do gel, isso causa impacto na textura de alimentos amiláceos, incluindo aumento da dureza, diminuição da coesão, baixa elasticidade e diminuição da estabilidade ao congelamento-descongelamento (LAN, et al., 2017).

No entanto, em alguns produtos à base de amido os efeitos da retrogradação podem provocar características desejáveis, a qual é promovida para modificar as propriedades estruturais, mecânicas ou sensoriais de certos produtos (KARIM; NORZIAH; SEOW, 2000). As características do grânulo de amido, tais como inchaço, degradação e retrogradação, determinam em grande parte a textura e estabilidade de alimentos amiláceos. (COZZOLINO, 2016).

Amidos que tendem a retrogradar aumentam a opacidade durante a estocagem, por isso a determinação da retrogradação pode ser realizada através da medida da transmitância do gel de amido na estocagem em temperatura controlada (MARCON; AVANCINI; AMANTE, 2007).

## REFERÊNCIAS

ADEBOOYE, O. C; SINGH, V. Physico-chemical properties of the flours and starches of two cowpea varieties (*Vigna unguiculata* (L.) Walp). **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, v. 9, n. 1, p. 92-100, 2008.

AGAMA-ACEVEDO, E; BELLO-PEREZA, L.A. Starch as an emulsions stability: the case of octenyl succinic anhydride (OSA) starch. **Current Opinion in Food Science**, v. 13, p. 78-83, 2017.

ALCÁZAR-ALAY, S. C; MEIRELES, M. A. A. Physicochemical properties, modifications and applications of starches from different botanical sources. **Food Science and Technology**, v. 35, n. 2, p. 215-236, 2015.

AMAGLIANI, L. et al. Chemistry, structure, functionality and applications of rice starch. **Journal of Cereal Science**, v. 70, p. 291-300, 2016.

AMOLE, T. A. et al. Effect of Planting Patterns and Age at Harvest of Two Cultivars of *Lablab purpureus* in *Andropogon gayanus* on Agronomic Characteristic and Quality of Grass/Legume Mixtures. **Pertanika Journal of Tropical Agricultural Science**, v. 38, n. 3, p. 329-346, 2015.

APEA-BAH, F. B. et al. Phenolic composition and antioxidant properties of koose, a deep-fat fried cowpea cake. **Food Chemistry**, v. 237, p. 247-256, 2017.

BASTOS, E. A. **A Cultura do Feijão-Caupi no Brasil**. Teresina: Embrapa Meio Norte, 2016. 12 p.

BENEVIDES, C. M. J. et al. Avaliação do Efeito do Processamento nos Teores de Fenólicos Totais e Capacidade Antioxidante do Feijão Mangalô (*Lablab Purpureus* (L.) Sweet ) e Feijão Guandu (*Cajanus Cajan* (L.) Mill Sp). **Revista Virtual de Química**, v. 9, n. 2. Fevereiro de 2017. Disponível em <<http://rvq.sbq.org.br>> Acesso em 29 de março de 2018.

BETANCUR, D. A. et al. Physicochemical and Functional Characterization of Baby Lima Bean (*Phaseolus lunatus*) Starch. **Starch/Stärke**, v. 53, p. 219-226, 2001.

BITOCCHI, E. et al. Mesoamerican origin of the common bean (*Phaseolus vulgaris* L.) is revealed by sequence data. **PNAS**. Março de 2012. Disponível em: <[www.pnas.org/lookup/suppl/doi:10.1073/pnas.1108973109/-/DCSupplemental](http://www.pnas.org/lookup/suppl/doi:10.1073/pnas.1108973109/-/DCSupplemental)>. Acesso em 12 de janeiro de 2018.

BLANSHARD, J. M. V. Starch granule structure and function: a physicochemical approach. In: GALLIARD, T. **Starch: Properties and Potentials**. Chichester: John Wiley, p. 16- 54. 1987.

BLAZEK, J; GILBERT, E. P. Application of small-angle X-ray and neutron scattering techniques to the characterisation of starch structure: A review. **Carbohydrate Polymers**, v. 85, n. 2, p. 281-293, 2011.

BRASIL. Resolução RDC nº. 263, de 22 de setembro de 2005. “**Regulamento técnico para produtos de cereais, amidos, farinhas e farelos**”, constante do Anexo desta Resolução. Órgão emissor: ANVISA - Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Disponível em <<https://www.saude.rj.gov.br>> Acesso em: 15 de junho de 2018.

BULÉON, A. et al. Starch granules: structure and biosynthesis. **International Journal of Biological macromolecules**, v. 23, n. 2, p. 85-112, 1998.

CAI, C; WEI, C. In situ observation of crystallinity disruption patterns during starch gelatinization. **Carbohydrate Polymers**, v. 92, n. 1, p. 469-478, 2013.

CAI, J. et al. Structural and functional properties of C-type starches. **Carbohydrate Polymers**, v. 30, p. 289-300, 2014.

CARLSTEDT, J. et al. Understanding starch gelatinization: The phase diagram approach. **Carbohydrate Polymers**, v.129, p. 62-69, 2015.

CEREDA, M. P. Amidos Modificados. **Bol. SBCTA**. n. 30, v. 1, p. 31-36, 1996.

CHATTOPADHYAY, A; DUTTA, S. Characterization and identification of selection indices of pole type *Dolichos* bean. **Vegetable Crops Research Bulletin**, v. 73, p. 33-45, 2010.

CHEN, M. H. et al. Resistant starch: Variation among high amylose rice varieties and its relationship with apparent amylose content, pasting properties and cooking methods. **Food Chemistry**, v. 234, n. 1, p. 180-189, 2017.

CONAB – Companhia Nacional de Abastecimento. Perspectivas para a agropecuária. Setembro de 2017a. Disponível em < <https://www.conab.gov.br>> Acesso em: 23 de janeiro de 2018.

CONAB – Companhia Nacional de Abastecimento. Perspectivas para a agropecuária. Setembro de 2017b. Disponível em < <https://www.conab.gov.br>> Acesso em: 23 de janeiro de 2018.

COPELAND, L. et al. Form and functionality of starch. **Food Hydrocolloids**, v. 23, n. 6, p. 1527-1534, 2009.

CORRE, D. L; ANGELLIER-COUSSY, H. Preparation and application of starch nanoparticles for nanocomposites: A review. **Reactive and Functional Polymers**, v.85, p. 97-120, 2014.

COZZOLINO, D. The use of the rapid visco analyser (RVA) in breeding and selection of cereals. **Journal of Cereal Science**, v. 70, p. 282-290, 2016.

CUI, S. W. **Food carbohydrates: chemistry, physical properties and applications**. Boca Raton: Taylor and Francis, 2005. 418p.

CUI, R.; OATES, C. G. +The effect of amylose–lipid complex formation on enzyme susceptibility of sago starch. **Food Chemistry**, v. 65, n. 4, p. 417-425, 1999.

CULLITY, B. D. Elementos of- X-ray diffraction. 2. ed. Addison- **Wesley Publishing Company**, INC. 1978.

- DEBOUCK, D.G. Primary diversification of *Phaseolus* in the Americas: three centers? **Plant Genetic Resources Newsletter**, v.67, p.2-8, 1986.
- DEKA, R. K; SARKA C.R. Nutrient composition and antinutritional factors of *Dolichos lablab* L. seeds. **Food Chemistry**, v. 38, n. 4, p. 239-246, 1990.
- DEL BEM, M. S; POLES, L. F; SARMENTO, S. B. S. Propriedades funcionais de amido de leguminosas em associação à hidrocoloides. **B.CEPPA**, v. 29, n. 1, p. 103-116, 2011.
- DEMIATE, I. M. et al. Physicochemical characterization of starches from dry beans cultivated in Brazil. **Food Hydrocolloids**, v. 61, p. 812-820, 2016.
- DENARDIN, C. C; SILVA, L. P. Estrutura dos grânulos de amido e sua relação com propriedades físico-químicas. **Ciência Rural**, v.39, n. 3, p. 945-954, 2009.
- DERAL – Departamento de Economia Rural. Dezembro de 2016. Feijão - Análise da Conjuntura Agropecuária. Disponível em < <http://www.agricultura.pr.gov.br>> Acesso em: 25 de janeiro de 2018.
- DESAM, G. P. et al. A mechanistic model for swelling kinetics of waxy maize starch suspension. **Journal of Food Engineering**, v. 222, p. 237-249, 2018.
- DUFRESNE, A. Crystalline starch based nanoparticles. **Current Opinion in Colloid & Interface Science**, v. 19, n. 5, p. 397-408, 2014.
- ELIASSON, A. C. Interactions between starch and lipids studied by DSC. **Thermochimica Acta**, v. 246, n. 2, p. 343-356, 1994.
- ELMI SHARLINA, M. S. et al. Physicochemical Properties of Starch from *Dioscorea pyriformis* tubers. **Food Chemistry**, v. 220, p. 225-232, 2017.
- EMBUSCADO, M. E; HUBER, K. C. **Edible films and coatings for food applications**. Nova Iorque: Springer Science, 2009. 416 p.
- ENGLYST, H. N; KINGMAN, S. M; CUMMINGS, J. H. Classification and measurement of nutritionally important starch fractions. **European Journal of Clinical Nutrition**, v. 46, n. 2, p. 33-50, 1992.
- FABBRI, A. D. T. et al. Evaluation of resistant starch content of cooked black beans, pinto beans, and chickpeas. **NFS Journal**, v. 3, p. 8-12, 2016.
- FAO - Food and agriculture organization of the United Nations statistic division. Disponível em <<http://faostat.fao.org/home/E>>. Acesso em 09 de out. de 2017.
- FAO. Food and Agriculture Organization of the United Nations. FAOSTAT. 2007. Disponível em: <<http://www.fao.org/statistics/pt/>> Acesso em: 21 de março de 2018.
- FRANCO, C. M. L. et al. **Culturas de Tuberosas Amiláceas Latino Americanas, Propriedades Gerais do Amido**. Campinas: Fundação Cargill, v.1, 2001. p. 224.

FREIRE FILHO, F. R. et al. Caupi: Nomenclatura Científica e Nomes Vulgares. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v. 18, n. 12, p. 1369-1372, 1983.

FREIRE FILHO, F. R. et al. Adaptabilidade e estabilidade produtiva de feijão-caupi. **Ciência Rural**, v. 35, n. 1, p. 24-30, 2005.

FREIRE FILHO, F. R. **Feijão-Caupi no Brasil: Produção, melhoramento genético, avanços e desafios**. Teresina: Embrapa Meio Norte. 2011, 84 p.

FROTA, K. M. G; SOARES, R. A. M; ARÊAS, J. A. G. Composição química do feijão caupi (*Vigna unguiculata* L. Walp), cultivar BRS-Milênio. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 28, n. 2, 2008.

FURTUNATO, A. A; MAGALHÃES, M. M. A; MARIA, Z. L. Estudo do feijão do verde (*Vigna unguiculata* (L) Walp) minimamente processado. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 20, n. 3, 2000.

GALLANT, D. J; BOUCHET, B; BALDWIN, P. M. Microscopy of starch: evidence of a new level of granule organization. **Carbohydrate Polymers**, v. 32, p. 177-191, 1997.

GARCIA, V. et al. Thermal transitions of cassava at intermediate water contents. **Journal of Thermal Analysis**, v. 47, 1213-1228, 1996.

GELDERS, G. G. et al. Amylose–lipid complexation: a new fractionation method. **Carbohydrate Polymers**, v. 56, n. 4, p. 447-458, 2004.

GÉRARD, C. et al. Amylose determination in genetically modified starches. **Carbohydrate Polymers**, v. 44, n. 1, p. 19-27, 2001.

GÓMEZ, C. **Cowpea: Post-Harvest Operations**. Roma, Itália. Food and Agriculture Organization of the United Nations (FAO), 2004.

GOUS, P. W; FOX G. P. Review: Amylopectin synthesis and hydrolysis – Understanding isoamylase and limit dextrinase and their impact on starch structure on barley (*Hordeum vulgare*) quality. **Trends in Food Science & Technology**, v.62, p. 23-32, 2017.

GUILLOIN, F; CHAMP, M. M.-J. Carbohydrate fractions of legumes: uses in human nutrition and potential for health. **British Journal of Nutrition**, v. 88, n. 3, p.293-306, 2002.

GUNARATNE, A; CORKE, H. 2016. **Starch, analysis of quality**. Wrigley, C; CORKE, H; SEETHARARAMAN, K; FAUBION, J. (Eds), Encyclopedia of Grains, v. 2, Elsevier Ltd, Oxford, UK, p. 198-207.

HAMID, S. et al. Physical and cooking characteristics of two cowpea cultivars grown in temperate Indian climate. **Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences**, v. 15, n. 2, p. 127-134, 2016.

HE, W; WEI, C. Progress in C-type starches from different plant sources. **Food Hydrocolloids**, v. 73, p. 162-175, 2017.

HEMAMALINI, T; DEV, V. R. G. Comprehensive review on electrospinning of starch polymer for biomedical applications. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 106, p. 712-718, 2018.

HENDRICKSEN, R; MINSON, D. J. The feed intake and grazing behaviour of cattle grazing a crop of *Lablab purpureus* cv. Rongai. **The Journal of Agricultural Science**, v. 95, n. 3, p. 547-54, 1980.

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

HOOVER, R. et al. Composition, molecular structure, properties, and modification of pulse starches: A review. **Food Research International**, v. 43, p. 399-413, 2010.

HOOVER, R; RATNAYAKE, W. S. Starch characteristics of black bean, chick pea, lentil, navy bean and pinto bean cultivars grown in Canada. **Food Chemistry**, v. 78, n. 4, p. 489-498, 2002.

HOOVER, R; ZHOU, Y. In vitro and in vivo hydrolysis of legume starches by  $\alpha$ -amylase and resistant starch formation in legumes-review. **Carbohydrate Polymers**, v. 54, n. 4, p. 401-417, 2003.

IBGE – Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística. Agosto de 2017. Disponível e <<http://agenciadenoticias.ibge.gov.br>>. Acesso em 21 de janeiro de 2018.

JANE, J. et al. Effects of Amylopectin Branch Chain Length and Amylose Content on the Gelatinization and Pasting Properties of Starch. **Cereal Chemistry**, v. 76, n. 5, p. 629-637, 1999.

JEON, J. S. et al. Starch biosynthesis in cereal endosperm. **Plant Physiology and Biochemistry**, v.48, n. 6, p. 383-392, 2010.

KARIM, A. A; NORZIAH, M. H; SEOW, C. C. Methods for the study of starch retrogradation. **Food Chemistry**, v. 71, p. 9-36, 2000.

KAY, D.E. Hyacinth bean (*Lablab purpureus*), TPI crop and product digest, n. 3, Food legumes 1975, p. 184-196.

KHLESTKIN, V. K; PELTEK, S. E; KOLCHANOV, N. A. Review of direct chemical and biochemical transformations of starch. **Carbohydrate Polymers**, v. 181, p. 460-476, 2018.

KLAOCHANPONG, N. et al. Octenyl succinylation of granular and debranched waxy starches and their application in low-fat salad dressing. **Food Hydrocolloids**, v. 66, p. 296-306, 2017.

KUAKPEON, D; WANG, Y. J. Characterization of different starches oxidized by hypochlorite. **Starch/Stärke**, v. 53, p. 211-218, 2001.

LACERDA, L. G. Uso de técnicas termoanalíticas na caracterização da hidrólise enzimática parcial de amidos de matérias primas tropicais. 2006. Dissertação (Mestrado em Ciência e

tecnologia de alimentos) – Programa de Pós-Graduação Stricto sensu, Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa.

LAN, X. et al. The effect of lamellar structure ordering on the retrogradation properties of canna starch subjected to thermal and enzymatic degradation. **Food Hydrocolloids**, v. 69, p. 185-192, 2017.

LI, H. et al. The importance of amylose and amylopectin fine structure for textural properties of cooked rice grains. **Food Chemistry**, v. 196, p. 702-711, 2016.

LI, J.-Y; YEH, An-I. Relationships between thermal, rheological characteristics and swelling power for various starches. **Journal of Food Engineering**, v. 50, n. 3, p. 141-148, 2001.

LIMA, B. N. B. et al. Estudo do Amido de Farinhas Comerciais Comestíveis. **Polímeros**, v. 22, n. 5, p. 486-490, 2012.

LIN, L. et al. Effect of granule size on the properties of lotus rhizome C-type starch. **Carbohydrate Polymers**, v. 134, p.448-457, 2015.

LIU, Q. **Understanding starches and their role in foods**. In: CUI, S. W. (Ed.). Food carbohydrates: chemistry, physical properties, and applications. Boca Raton, U.S.A.: CRC Press. p. 309-55, 2005.

MA, M. et al. Physicochemical properties and in vitro digestibility of legume starches. **Food Hydrocolloids**, v. 63, p. 249-255, 2017.

MAHADEVAMMA, S; THARANATHAN, R. N. Processing of legumes: resistant starch and dietary fiber contents. **Journal of Food Quality**, v. 27, p. 289-303, 2004.

MALUMBA, P. et al. Structural and physicochemical characterization of *Sphenostylis stenocarpa* (Hochst. ex A. Rich.) Harms tuber starch. **Food Chemistry**, v. 212, p. 305-312, 2016.

MAPA – Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Projeções Agronegócio. Brasil 2016/17 a 2026/27. Agosto de 2017. Disponível em <<http://www.agricultura.gov.br>> Acesso em: 20 de janeiro de 2018.

MARCON , M. J. A; AVANCINI, S. G. P; AMANTE E. R. Propriedades químicas e tecnológicas do amido de mandioca e do polvilho azedo, Ed. UFSC, SC, 2007.

MARSARO Jr., A. L; VILARINHO, A. A. Resistência de cultivares de feijão-caupi ao ataque de *Callosobruchus maculatus* (Coleoptera: Chrysomelidae: Bruchinae) em condições de armazenamento. **Revista Acadêmica: Ciências Agrárias e Ambientais**, v. 9, n. 1, p. 51-55, 2011.

MASON, W. R. Starch Use in Foods. Starch: Chemistry and Technology (3 Ed). In: MILLER, J. B; WHISTLER, R. (Ed). Academic Press, p. 745-795, 2009.

MATIGNON, A; TECANTE A. Starch retrogradation: From starch components to cereal products. **Food Hydrocolloids**, v. 68, p. 43-52, 2017.

MATVEEV, Y. I. et al. The relationship between thermodynamic and structural properties of low and high amylose maize starches. **Carbohydrate Polymers**, v. 44, n. 2, p. 151-160, 2001.

MEDINA, R. M. et al. Production of resistant starch by enzymatic debranching in legume flours. **Carbohydrate Polymers**, v. 101, p. 1176-1183, 2014.

MOORTHY, S. N. Physicochemical and Functional Properties of Tropical Tuber Starches: A Review. **Starch/Stärke**, v. 54, p. 559-592, 2002.

MORRIS, J. B. Morphological and Reproductive Characterization in Hyacinth Bean, *Lablab Purpureus* (L.) Sweet Germplasm with Clinically Proven Nutraceutical and Pharmaceutical Traits for Use as a Medicinal Food. **Journal Of Dietary Supplements**, v. 6, n. 3, p. 263-279, 2009.

MUKURUMBIRA, A. et al. Microstructure, thermal properties and crystallinity of amadumbe starch nanocrystals. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 102, p. 241-247, 2017.

MURPHY, A. M; COLUCCI, P. E. A tropical forage solution to poor quality ruminant diets: A review of *Lablab purpureus*. **Livestock Research for Rural Development**, v. 11, n. 2, 1999.

MURTHY, N.S; MINOR, H. General procedure for evaluating amorphous scattering and crystallinity from X-ray diffraction scans of semicrystalline polymers. **Polymer**, v. 31, n. 6, p. 996-1002, 1990.

NASSOUROU, M. A. et al. Diallel analyses of soluble sugar content in cowpea (*Vigna unguiculata* L. Walp.). **The Crop Journal**, v. 5, n. 6, p. 553-559, 2017.

NELSON, D. L; COX, M. M. Lehninger's principles of biochemistry. (3 Ed). Nova Iorque, E.U.A. Worth Publishers, 2000, 1152 p.

NEWPORT SCIENTIFIC. **Instruction Manual for the Series 4 Rapid Visco Analyzer**. Newport Scientific Pty. Ltd., Australia, 1998.

NTATSI, G. et al. The quality of leguminous vegetables as influenced by preharvest factors. **Scientia Horticulturae**, v. 232, p. 191-205, 2018.

NWOKOCHA, L. M; SOETANB, K. O; WILLIAMS, P. A. A study of the properties of starch isolated from three varieties of *Lablab purpureus* seeds. **Carbohydrate Polymers**, v. 79, n. 3, p. 685-693, 2010.

OGUNSONA, E; OJOGBO, E; MEKONNENA, T. dvanced material applications of starch and its derivatives. **European Polymer Journal**, v. 108, p. 570-581, 2018.

OLIVEIRA, T. M. et al. Caracterização do amido de grão-de-bico (*Cicer arietinum* L.). **B.CEPPA**, v. 27, n. 1, p. 27-42, 2009.

- OYEYINKA, S. A; OYEYINKA, A. T. A review on isolation, composition, physicochemical properties and modification of Bambara groundnut starch. **Food Hydrocolloids**, v. 75, p. 62-71, 2018.
- PARADA, J; AGUILERA, J. M. Effect of native crystalline structure of isolated potato starch on gelatinization behavior and consequently on glycemic response. **Food Research International**, v. 45, n. 1, p. 238-243, 2012.
- PEREIRA, K. D. Amido resistente, a última geração no controle de energia e digestão saudável. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 27, p. 88-92, 2007.
- PÉREZ, S; BERTOFT, E. The molecular structures of starch components and their contribution to the architecture of starch granules: A comprehensive review. **Starch/Stärke**, v. 62, n. 8, p. 389-420, 2010.
- PIECYK, M. et al. Chemical composition and starch digestibility in flours from Polish processed legume seeds. **Food Chemistry**, v. 135, n. 3, p. 1057-1064, 2012.
- PUTSEYS, J. A; LAMBERTS, L; DELCOUR, J. A. Amylose-inclusion complexes: Formation, identity and physico-chemical properties. **Journal of Cereal Science**, v. 51, n. 3, p. 238-247, 2010.
- RAI, N. et al. Genetic diversity in Indian bean (*Lablab purpureus*) germplasm based on morphological traits and RAPD markers. **Indian Journal of Agricultural Sciences**, v. 81, n. 9, p. 801-806, 2011.
- RAMÍREZ-JIMÉNEZ, A. K. et al. Potential role of bioactive compounds of *Phaseolus vulgaris* L. on lipid-lowering mechanisms. **Food Research International**, v. 76, Part 1, p. 92-104, 2015.
- ROCHA, T. S; DEMIATE, I. M; FRANCO, C. M. L. Características estruturais e físico-químicas de amidos de mandioquinha-salsa (*Arracacia xanthorrhiza*). **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 28, n. 3, p. 620-628, 2008.
- ROPER, H. Renewable raw materials in Europe — industrial utilization of starch and sugar. **Starch-Stärke**, v. 54, 89-99, 2002.
- SANDHU, K. S; LIM, S. T. Digestibility of legume starches as influenced by their physical and structural properties. **Carbohydrate Polymers**, v. 71, n. 2, p. 245-252, 2008.
- SANTOS, J. B; GAVILANES, M. L. Botânica. In: VIEIRA, C; PAULA JÚNIOR, T. J; BOREM, A. (Eds). **Feijão**. 2ª ed. Viçosa-MG: Universidade Federal de Viçosa, p. 41-65. 2006.
- SANTOS, W. P. C. et al. Prospecção tecnológica de leguminosas na produção de alimentos funcionais destinados ao setor de panificação e confeitaria. **Cadernos de Prospecção**, v. 10, n. 4, p. 919-933, 2017.
- ŠÁRKA E; DVOŘÁČEK, V. Waxy starch as a perspective raw material (a review). **Food Hydrocolloids**, v. 69, p. 402-409, 2017b.

ŠÁRKA, E; DVOŘÁČEK, V. New processing and applications of waxy starch (a review). **Journal of Food Engineering**, v. 206, p. 77-87, 2017a.

SATHE, S.K. Beans, Overview. In: WRIGLEY, C; CORKE, H; SEETHARAMAN, K; FAUBION, J. **Encyclopedia of Food Grains** (2. ed.), USA: Academic Press, 2016, p. 297-306.

SCHOCH, T. J; MAYWALD, E. C. Microscopic examination of modified starches. **Analytical Chemistry**, v. 28, n. 3, p. 382-387, 1956.

SEAB – Secretaria de Estado da Agricultura e do Abastecimento. Feijão: Análise da Conjuntura Agropecuária. Outubro de 2012. Disponível em: <<http://www.agricultura.pr.gov.br>> Acesso em: 18 de Janeiro de 2018.

SHARASIA, P. L; GARG, M. R; BHANDERI, B. M. Pulses and their by-products as animal feed. In: CALLES T; MAKKAR, H. P. S. (Ed.). Roma, FAO, 2017.

SILVA, V. M. et al. Physiological, biochemical, and ultrastructural characterization of selenium toxicity in cowpea plants. **Environmental and Experimental Botany**, v. 150, p. 172-182, 2018.

SINGH, J; DARTOIS, A; KAUR, L. Starch digestibility in food matrix: a review . **Trends in Food Science & Technology**, v. 21, n. 4, p. 168-180, 2010.

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

SMITH, P. M. **Evaluation of crop plants**, Nova Iorque, 1976, 312 p.

SONALI, A; MANJU, V; ASHWIN, K. Comparative Study of Indian Varieties of Lablab and Field Bean for Phenotypic and Nutritional Traits. **Legume Genomics and Genetics**, v. 6, n. 3, p. 1-7, 2015.

SONDAR, G. Feijões cultivados no Brasil. Imprensa Oficial do Estado. 1930, 83 p.

SOUZA, P. A; SOUZA, H. B. A; FALEIROS, R. R. S; et al. Avaliação físico-química e nutricional de grãos de labe-labe (*Lablab purpureus* (L.) Sweet). **Alimentos e Nutrição**, p. 99-109. 1992.

SOUZA, R. C. R; ANDRADE, C. T. Investigação dos Processos de Gelatinização e Extrusão de Amido de Milho. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**, v. 10, n.1, p. 24-30, 2000.

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

STODDARD, F. L. **Starch Chemistry**. In: SMITHERS, G. W. (Ed). Reference Module in Food Science, Elsevier. Disponível em <<https://ac.els-cdn.com>> Acesso em 2 de março de 2018.

SUBAGIO, A. Characterization of hyacinth bean (*Lablab purpureus* (L.) sweet) seeds from Indonesia and their protein isolate. **Food Chemistry**, v. 95, n. 1, p. 65-70, 2006.

TAKIZAWA, F. F. et al. Characterization of tropical starches modified with potassium permanganate and lactic acid. **Brazilian Archives of Biology and Technology**, v. 47, n. 6, p. 921-931, 2004.

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

THAKUR, R. et al. Amylose-lipid complex as a measure of variations in physical, mechanical and barrier attributes of rice starch-  $\kappa$ -carrageenan biodegradable edible film. **Food Packaging and Shelf Life**, v. 14, p. 108-115, 2017.

THOMAS, D. J.; ATWELL, W. A. Practical Guide for Food Industry In: **Starches**. Minnesota: Eagan Press, 1999. 30 p.

THOMAS, D. J.; ATWELL, W. A. **Practical Guide for Food Industry** In: Starches. Minnesota: Eagan Press, 1999. 30 p.

USDA – United States Department of Agriculture. Agosto de 2010. Brazilian Dry Bean Production. Disponível em < <https://gain.fas.usda.gov> > Acesso em: 24 de janeiro de 2018.

VAMADEVAN, V; LIU, Q. Starch: Starch Architecture and Structure. In: WRIGLEY, C; CORKE, H; SEETHARAMAN, K; FAUBION, J. (Ed.). **Encyclopedia of Food Grains**. Elsevier, p. 190-197, 2016.

VILELA, H. **Escolha de Espécies Forrageiras**. Formação de Pastagens. CPT. Viçosa. 1998. 98 p.

WANG, et al. Evaluation of genetic diversity of the USDA *Lablab purpureus* germplasm collection using simple sequence repeat markers. **Journal of Horticultural Science & Biotechnology**, v. 82, n. 4, p. 571-578, 2007.

WANG, X; REDDY, C. K; XU, B. A systematic comparative study on morphological, crystallinity, pasting, thermal and functional characteristics of starches resources utilized in China. **Food Chemistry**, v. 259, p. 81-88, 2018.

WATERSCHOOT, J. et al. Production, structure, physicochemical and functional properties of maize, cassava, wheat, potato and rice starches. **Starch/Stärke**, v. 67, p. 14-29, 2015.

WEBER, F. H; COLLARES-QUEIROZ, F. P; CHANG, Y. K. Caracterização físico-química, reológica, morfológica e térmica dos amidos de milho normal, ceroso e com alto teor de amilose. **Ciências e Tecnologia de Alimentos**, v. 29, n. 4, p. 748-753, 2009.

WHISTLER, R. L.; DANIEL, J. R. Carboidratos. In: FENNEMA, O. R. **Química de los alimentos**. Zaragoza: Acribia. 1993, p. 81-156.

WITCZAK, M. et al. Starch and starch derivatives in gluten-free systems-A review. **Journal of Cereal Science**, v. 67, p. 46-57, 2016.

WUTKE, E. B. et al. **Bancos comunitários de sementes de adubos verdes: informações técnicas**. Brasília: Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA), dezembro de 2007, 52 p.

XIE, F. et al. Starch-based nano-biocomposites. **Progress in Polymer Science**, v. 38, n. 10-11, p.1590-1628, 2013.

YOKOYAMA, L. P; BANNO, K; KLUTHCOUSKI, J. Aspectos socioeconômicos da cultura. In: ARAÚJO, R. S. et al. **Cultura do feijoeiro comum no Brasil**. Piracicaba: Associação Brasileira para pesquisa da potassa e do fosfato, 1996, p. 1-21.

ZARGAR, S. M. et al. Common bean proteomics: Present status and future strategies. **Journal of Proteomics**, v. 169, p. 239-248, 2017.

ZAVAREZE, E. R; DIAS, A. R. G. Impact of heat-moisture treatment and annealing in starches: A review. **Carbohydrate Polymers**, v. 83, n. 2, p. 317-328, 2013.

ZHANG, L. et al. Unit and internal chain profiles of maca amylopectin. **Food Chemistry**, v. 242, p. 106-112, 2018.

ZHOU, Y; HOOVER, R; LIU, Q. Relationship between  $\alpha$ -amylase degradation and the structure and physicochemical properties of legume starches. **Carbohydrate Polymers**, v. 57, n. 3, p. 299-317, 2004.

ZHU, F. Structure, physicochemical properties, and uses of millet starch. **Food Research International**, v. 64, p. 200-211, 2014.

#### **4. CAPÍTULO II – EXTRAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DO AMIDO DE FEIJÃO CAUPI (*Vigna unguiculata* L. Walp.) NO ESTÁGIO DE MATURAÇÃO VERDE**

**Extração e Caracterização do Amido de Feijão Caupi (*Vigna unguiculata* L. Walp.) no Estágio de Maturação Verde**

**Extraction and Characterization of Cowpea Starch (*Vigna unguiculata* L. Walp.) at the Green Maturation Stage**

Keila Gabrieli Matos dos Prazeres<sup>a</sup>; Geany Peruch Camilloto<sup>b</sup>; Renato Souza Cruz<sup>b</sup>

<sup>a</sup> Programa de Pós-Graduação de Ciência de Alimentos, Faculdade de Farmácia, Campus Ondina, Universidade Federal da Bahia, Salvador-BA.

<sup>b</sup> Departamento da Universidade Estadual de Feira de Santana.

## Resumo

O amido é o principal carboidrato consumido pelo homem e oferece inúmeras aplicações industriais. A crescente demanda de amido faz com que as novas indústrias de processamento de alimentos dependem cada vez mais desse polissacarídeo. Essa demanda criou interesse em encontrar novas fontes de amido não convencionais, entre estas, os feijões apresentam-se como uma potencial fonte amilácea devido o seu elevado teor de carboidratos. O objetivo deste trabalho foi analisar as propriedades físicas, físico-químicas e funcionais do amido do feijão caupi no estágio de maturação verde. O amido do feijão caupi mostrou alto teor de amilose aparente (47%). Valores baixos foram encontrados para a capacidade de absorção em água e óleo. A análise termogravimétrica mostrou uma boa estabilidade térmica. O amido apresentou uma viscosidade máxima de 5091 cP, mínima de 3112 cP e alta tendência a retrogradação (1099 cP). A temperatura da pasta foi de 78,7 °C, caracterizando uma resistência ao inchamento. O amido apresentou um teor de amilose aparente de 46% e alto teor de retrogradação, não sendo apropriado para fórmulas infantis ou sopas desidratadas. A análise térmica demonstrou uma boa estabilidade térmica do amido com degradação na temperatura de 319 °C, podendo ser indicado a indústrias de conservas.

**Palavras-chave:** Caupi; amido; propriedades físico-químicas.

## Abstract

Starch is the main carbohydrate consumed by man and offers numerous industrial applications. The growing demand for starch makes new food processing industries increasingly dependent on polysaccharide. This demand has created interest in finding new sources of unconventional starch, among these, the beans present themselves as a potential source of amylose due to their high carbohydrate content. The objective of this work was to analyze the physical, physical-chemical and functional properties of cowpea starch in the green maturation stage. Cowpea starch showed high apparent amylose content (47%). Low values were found for the absorption capacity in water and oil. Thermogravimetric analysis showed good thermal stability. The starch had a maximum viscosity of 5091 cP, minimum of 3112 cP and high tendency to retrograde (1099 cP). The temperature of the slurry was 78.7 °C, characterizing a resistance to swelling. The starch had an apparent amylose content of 46% and a high content of retrogradation, being not suitable for infant formulas or dehydrated soups. Thermal analysis showed a good thermal stability of the starch with degradation at 319 °C and may be indicated to canning factories.

**Keyword:** Cowpea; starch; physicochemical properties.

## 4.1 INTRODUÇÃO

No Agreste e Sertão Nordeste o feijão caupi (*Vigna unguiculata*) se destaca entre as leguminosas mais consumidas, seja da forma seca ou da forma verde. Possui alta qualidade nutricional, sendo rico em proteínas e minerais, no entanto sua principal composição é de carboidratos que representam 60% do grão. Dentre os carboidratos, destaca-se o amido, porém ainda pouco se conhece suas propriedades (SALGADO, et al., 2005; OJWANG, et al., 2013).

O uso das leguminosas na alimentação humana é por ser uma fonte barata de proteína. Esse componente representa cerca de 19%-40% da composição das leguminosas; o amido,

que constitui cerca de 45%-65% da composição de leguminosas, demonstrou ser o principal componente das sementes comercialmente importantes (AGUNBIADÉ; LONGE, 1999).

A produção de amido é considerada uma agroindústria de grande porte, com um volume de cerca 85 milhões de toneladas por ano, a qual é comercializada na forma de amido nativo, física ou quimicamente modificado. As principais fontes botânicas para a produção de amidos são o milho, a mandioca, o trigo e a batata (WATERSCHOOT, et al., 2015). No Brasil, o milho é a principal matéria-prima para produção de amido, seguida da mandioca (STARCH EUROPE, 2016).

O uso industrial do amido surge de seu caráter único, uma vez que podem ser usados diretamente como grânulos intactos, no estado granular inchado, na forma gelatinizada, na forma de um filme, como um pó extrudado ou hidrolisado de glicose, dextrina, maltodextrina, maltose (CARIOCA, et al., 1996).

Ao contrário dos cereais e tubérculos, os grãos de leguminosas são raramente processados para produção de amido. Algumas das características conhecidas do amido de leguminosas incluem formato e tamanho granular, teor de amilose, estruturas cristalinas, propriedades de colagem e suscetibilidade à sinérese (DEMIATE, et al., 2016).

Diante disso, este artigo tem o objetivo de fornecer uma discussão sobre as propriedades físico-funcionais do amido de feijão caupi no estágio de maturação verde, visando possíveis aplicabilidades industriais.

## **4.1.MATERIAL E MÉTODOS**

### **4.2.1 Materiais**

O presente trabalho foi realizado no laboratório de panificação do Departamento de Tecnologia da Universidade Estadual de Feira de Santana (UEFS). As sementes de feijão caupi (*Vigna unguiculata*) no estágio de maturação verde foram adquiridas no centro de abastecimento e comércio local da cidade de Feira de Santana-BA. Todos os produtos químicos utilizados neste estudo foram de grau analítico.

### **4.2.2 Extração do amido**

Inicialmente o feijão foi higienizado em água potável, sanitizado em solução de 200 ppm de cloro residual livre e secos à temperatura ambiente. A extração do amido foi baseado em Sathe e Salunkhe (1981), com adaptações. A matéria-prima foi triturada em liquidificador, com adição de água, na proporção de 2:1 (água: feijão) por aproximadamente 5 minutos. Após a desintegração, o material foi prensado em tecido voal, sendo o permeado lavado quatro vezes com água destilada. Para cada lavagem, uma etapa de decantação foi realizada durante 4 horas à 6 °C. O sobrenadante foi descartado e o material resultante foi seco em estufa a 40°C, durante 24 horas. Após seco, o amido foi desintegrado em moinho de faca e peneirado em à 80 *mesh* e armazenado em recipiente de vidro com tampa à temperatura ambiente até o momento da análise.

#### 4.2.3 Composição química

Foram realizadas as análises de umidade pelo método gravimétrico, em estufa com circulação de ar a 105 °C até peso constante (AOAC, 1995); lipídeos totais segundo a metodologia descrita por Bligh & Dyer (1959), utilizando as misturas dos solventes: clorofórmio, metanol e água. A quantidade de cinzas presente no amido foi determinada em forno-mufla a 550 °C, até peso constante (AOAC, 1995). O elemento fósforo foi determinado de acordo com o método descrito Fisk e Subarow (1925) por espectrofotometria na região do visível a 420 nm.

#### 4.2.4 Densidade absoluta do amido

A densidade absoluta do amido foi determinada por meio do deslocamento de líquido segundo metodologia recomendada por Schoch e Leach (1964). A densidade absoluta (D) do amido foi calculada de acordo com a Equação (1):

$$D \text{ (g/ml)} = \frac{a \cdot d}{a+b-c} \quad (1)$$

Onde: a = peso do amido em gramas; b = peso do frasco com xileno; c = peso do frasco com xileno e amostra; d= densidade do xileno; Densidade do xileno= Densidade / 20°C: 0,860 (861 kg/m<sup>3</sup>).

#### 4.2.5 Teor de amilose aparente

O teor de amilose aparente foi determinado por método colorimétrico, com leitura a 610 nm em espectrofotômetro conforme descrito por Martinez e Cuevas (1989). A amostra de amido (100 mg) foi pesada e adicionada 1 mL de álcool etílico 96% GL e 9 mL de solução de NaOH 1 N e a suspensão foi aquecida (100 °C). A amostra dispersa foi transferida para um balão volumétrico de 100 mL e o volume foi completado com água destilada. Em um balão de 100 mL foi pipetada um alíquota de 5 mL da solução anterior e adicionado 1 mL de ácido acético 1 N e 2 mL de solução de iodo 2% (p/v), onde foi completado o volume de cada balão volumétrico com água destilada. O teor de amilose foi determinado a partir de uma curva padrão (Sigma).

#### 4.2.6 Capacidade de absorção de água e de óleo

Para esta determinação, foi usado o método de Beuchat (1977), com adaptações. Um volume de 10 mL de água (destilada) ou do óleo (Óleo de Soja- Marca Soya) foi adicionado a 1 g da amostra pesada em tubos de centrífuga. A suspensão foi homogeneizada em vortex a 25 °C ± 2 durante 30 segundos e em seguida deixada em repouso por 30 minutos. Posteriormente os tubos foram fechados e centrifugados, por 15 minutos, a 3018 g. As paredes externas dos tubos foram secas, e os tubos pesados. A massa da água ou do óleo absorvidas foi expressa em g.100g<sup>-1</sup> de amido em base seca. A absorção de água e óleo foi calculada através da Equação (2).

$$CA \text{ (g/100 g}^{-1}\text{)} = (pc - ps) \times 100 \quad (2)$$

Onde: CA= Capacidade de absorção (água ou óleo); pc = Peso do tubo com a amostra após centrifugação; ps = Peso do tubo com a amostra seca.

#### 4.2.7 Ciclo de congelamento e descongelamento

Uma suspensão aquosa de amido (5 g/100 g) foi aquecida a 95 °C com agitação suave constante durante 30 min, e depois se arrefeceu para a temperatura ambiente num banho de água gelada. A pasta foi pesada (15 g) em tubos de centrífuga e sujeitas a cinco ciclos de congelamento e descongelamento sucessivos. As amostras foram congeladas a - 18 °C durante 24 h e descongeladas a 30 °C durante 1,5 h, seguido por centrifugação a 3018 g

durante 30 min. O sobrenadante eliminado a partir do gel foi pesado, e a extensão da sinérese foi expressa como a percentagem de líquido separado por peso total de amostra no tubo de ensaio (LEE; YOO, 2011).

$$\text{Sinérese (\%)} = \frac{\text{Massa de água do sobrenadante (g)}}{\text{Massa do gel (g)}} \times 100 \quad (3)$$

#### **4.2.8 Microscopia Eletrônica de Varredura**

Para a análise dos grânulos de amido de feijão caupi foi utilizado o metalizador da DENTON VACUUM, modelo DESK V onde as amostras foram metalizadas por 2 min. depois analisadas no microscópio eletrônico de varredura da JEOL, modelo JSM-6610LV de voltagem máxima de 30 kV.

#### **4.2.9 Espectroscopia de absorção na região do infravermelho (FTIR)**

Para a caracterização do amido, as amostras foram submetidas à análise em espectrofotômetro de absorção na região do infravermelho com transformada de Fourier da Perkin Elmer, modelo Spectrum Two no modo de transmitância com varredura de 4000  $\text{cm}^{-1}$  a 400  $\text{cm}^{-1}$  (LIMA et al., 2012).

#### **4.2.10 Análise Termogravimétrica**

A análise termogravimétrica (Analisador térmico Detector DTG-60: SHIMADZU) de amido nativo de feijão mangalô foi realizada para avaliar a estabilidade térmica de amostras sob fluxo de nitrogênio de 50  $\text{mL} / \text{min}^{-1}$ . As amostras foram aquecidas de 30 °C a 650 °C com uma taxa de aquecimento de 10 °C  $\text{min}^{-1}$ .

#### **4.2.11 Análise reológica –*Rapid Visco Analyser (RVA)***

A determinação das propriedades de pasta ocorreu em equipamento RVA (Newport Scientific), no EMBRAPA Mandioca e Fruticultura, segundo a metodologia de DINIZ (2006). A amostra, na concentração de 10%, foi submetida à temperatura de 50 °C por 1 minuto com agitação de 160 rpm/min e depois aquecida até 95 °C numa taxa de 6 °C/min, permanecendo nessa temperatura por até 3 minutos. Em seguida, resfriou-se a amostra até 50 °C numa taxa de 6 °C/min. Nessa análise foram obtidos os valores de temperatura de pasta, viscosidades máxima, mínima e final, quebra de viscosidade (diferença entre a viscosidade máxima e mínima) e tendência à retrogradação (diferença entre a viscosidade final e mínima) (OLIVEIRA, et al., 2009).

### 4.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### 4.3.1 Composição química do amido

O amido isolado contém componentes menores, tais como, lipídios, cinzas e outros. A maioria dos estudos relata que os valores desses componentes foram inferiores a 0,5% (Tabela 5). Apesar de se apresentarem em pequenas quantidades, podem ter efeitos positivos ou negativos sobre as propriedades funcionais do amido (VAMADEVAN; BERTOFT, 2015; LI; ZHU, 2018).

Tabela 5. Composição química do amido de feijão caupi e amidos de outras fontes botânicas

Amido	Umidade (%)	Lipídios (%)	Cinzas (%)	Fósforo (%)
Milho <sup>1</sup>	13,63 ± 0,05	0,51 ± 0,01	0,32 ± 0,01	-
Arroz <sup>2</sup>	-	-	-	-
Mandioca <sup>3</sup>	10,5 ± 0,0	0,10 ± 0,00	0,24 ± 0,01	-
Batata <sup>3</sup>	8,1 ± 0,4	0,46 ± 0,13	0,28 ± 0,01	-
Quinoa <sup>4</sup>	8,49 ± 0,29	0,40 ± 0,11	0,22 ± 0,02	-
Feijão preto <sup>5</sup>	-	0,13 ± 0,00	0,15 ± 0,00	0,008 ± 0,000
Feijão caupi	12,27 ± 0,13	0,11 ± 0,07	0,13 ± 0,00	0,008 ± 0,001

Os valores são as médias ± desvio padrão de três determinações (n = 3). Referências: <sup>1</sup>PRZETACZEK-ROZNOWSKA, 2017; <sup>2</sup>NAKTHONG, et al., 2017; <sup>3</sup>LOVERA, et al., 2017; <sup>4</sup>JAN, 2017; <sup>5</sup>AMBIGAIPALAN, et al., 2011.

Um dos componentes amplamente relatados como presentes no amido são lipídios e estes ocorrem tanto na superfície como no interior do grânulo do amido (LIU, 2005). O amido de feijão caupi apresentou baixo conteúdo de lipídios (0,11 ± 0,07%), valores próximos foram encontrados para amido de mandioca (0,10 ± 0,00) e feijão preto (0,13 ± 0,00). Segundo Moorthy (2001) o teor de lipídios pode ser considerado baixo quando apresenta um valor menor que 1%. Teores elevados de lipídios podem resultar em baixa claridade da pasta de amido (como com amidos de cereais) e limitar o inchaço do grânulo (CHEN; SCHOLS; VORAGEN, 2003). No entanto, pode contribuir para diminuição da tendência de retrogradação.

A variação no teor lipídico total dentro de uma fonte de amido pode ocorrer devido a diferenças de cultivar e o estado fisiológico da semente ou até mesmo pelo método usado para determinação lipídica (hidrólise vs. extração com solvente) (HOOVER, et al., 2010).

Os complexos entre amilose-lipídios atuam na funcionalidade do amido, por exemplo, a complexação com lipídios reduz a solubilidade do amido na água, altera as propriedades reológicas das pastas, diminui a capacidade de inchaço, aumenta a temperatura de gelatinização, reduz a rigidez do gel, atrasa a retrogradação e reduz a susceptibilidade à hidrólise enzimática (COPELAND, et al., 2009).

O teor de cinzas do amido foi de  $0,13 \pm 0,00\%$ , valor próximo foi encontrado para amido de feijão preto e superior ao de amido de milho (Tabela 5). No Brasil, a legislação estabelece que o teor máximo de cinzas seja de  $0,5\%$ , sendo assim, o amido analisado mostra-se de acordo com o padrão estabelecido para este parâmetro (MESQUITA, et al., 2016). Entre os componentes encontrados nas cinzas do amido estão principalmente o fósforo, cálcio, potássio, sódio e silício (LIU, 2005).

O conteúdo de fosforo do amido de feijão caupi foi de  $0,008\%$ , tal nível é baixo comparado com amido de batata ( $0,08\%$ ), embora próximos a outros amidos de leguminosas (por exemplo, feijão preto com  $0,008\%$ ); e menores que amido de arroz e amido de milho, o qual apresentaram  $0,02\%$  em ambas as amostras (BETANCUR, et al., 2001).

No amido, o teor de fósforo esta relacionado com os grupos fosfato, ligados às moléculas de amilopectina e conferem uma natureza polielectrolítica às cadeias. Essa natureza iônica permite que as dispersões de amido desenvolvam alta viscosidade (JIMÉNEZ-HERNÁNDEZ; SALAZAR-MONTOY; RAMOS-RAMÍREZ, 2007). Por exemplo, níveis elevados de grupos ésteres de fosfato dão a amilopectina uma carga ligeiramente negativa, resultando em repulsão coulombica que pode contribuir para o rápido entumescimento dos grânulos, maior viscosidade, maior clareza de pasta e baixa tendência de retrogradação (CHEN; SCHOLS; VORAGEN, 2003).

#### **4.3.2 Densidade absoluta do amido**

Outro parâmetro importante na avaliação de um amido é a densidade. O amido de feijão caupi apresentou uma densidade absoluta de  $1,39 \pm 0,03$  g/mL, valor superior foi relatado para amido de inhame com a densidade de  $1,513$  g/mL. A densidade do amido é de fundamental importância para propósitos tecnológicos. Este parâmetro representa o conteúdo de material, por unidade de volume real ocupado pelo material (SCHOCH; LEACH, 1964).

#### **4.3.3 Teor de amilose aparente**

O teor de amilose aparente do amido de feijão caupi foi de  $46,85 \pm 1,25\%$ , corroborando com resultado encontrado para amido de feijão preto, cujo teor de amilose foi de  $45,4 \pm 0,8$  (DU, et al., 2014). O resultado apresentado está dentro da faixa encontrada para teor de amilose em amidos de leguminosas, a qual varia entre  $17\%$  a  $52\%$  (HE; WEI, 2017). O teor de amilose desempenha um papel central afetando diversos parâmetros físico-químicos dos amidos, uma vez que a fração amorfa dos grânulos de amido é formada principalmente por amilose, tais como: propriedades funcionais de gelatinização e retrogradação do amido e

suscetibilidade à hidrólise enzimática (MESQUITA, et al., 2016). Em estudo realizado por Demiate et al. (2016), o teor de amilose para feijão caupi seco foi de  $27,0 \pm 0,45\%$ , valor inferior ao relatado nesta pesquisa. Essa diferença pode está relacionada ao estágio de maturação dos grãos das leguminosas. Em um estudo mais recente sobre amido de diferentes cultivares de feijão caupi coreano, o teor de amilose variou de  $35,7 \pm 0,2\%$  -  $36,1 \pm 0,7\%$  (KIM; WOO; CHUNG, 2018). O teor aparente de amilose em diferentes leguminosas pode variar dentro da mesma espécie botânica. A diferença no teor de amilose é afetada também pela origem geográfica e condições climáticas durante o desenvolvimento do grão (GANI, et al., 2017). O amido com maiores teores de amilose tem uma alta resistência à digestão e se assemelha as fibras alimentares. Além disso, são importantes na formação de filmes biodegradáveis (MESQUITA, et al., 2016).

#### **4.3.4 Capacidade de absorção de água e óleo**

O amido nativo de feijão caupi apresentou a capacidade de absorção em água (CAA) de 68,24 g/100g, valor superior foi relatado para amido nativo de feijão andú (*Cajanus cajan* L.) com 170,87 g/100g da CAA. Torruco-Uco e Betancur-Ancona (2007) encontraram em amido nativo de uma espécie de tubérculo denominado makal (*Xanthosoma yucatanensis*) uma CAA de 19,2 g/100 g, resultado inferior ao relatado nesta pesquisa.

As diferenças de CAA de amidos de diferentes tipos provavelmente poderiam ser atribuídas à variação em sua estrutura granular. A capacidade dos grupos hidroxila para formar ligações de hidrogênio e covalentes entre cadeias de amido reduz a CAA (ALI, et al., 2016).

A capacidade de absorção em óleo (CAO) foi de 53,35 g/100 g para o amido de feijão caupi. Mendes et al. (2015) expuseram valor de CAO do amido nativo de semente de manga (59,78 g/100 g) próximo ao encontrado para o amido nativo desta pesquisa.

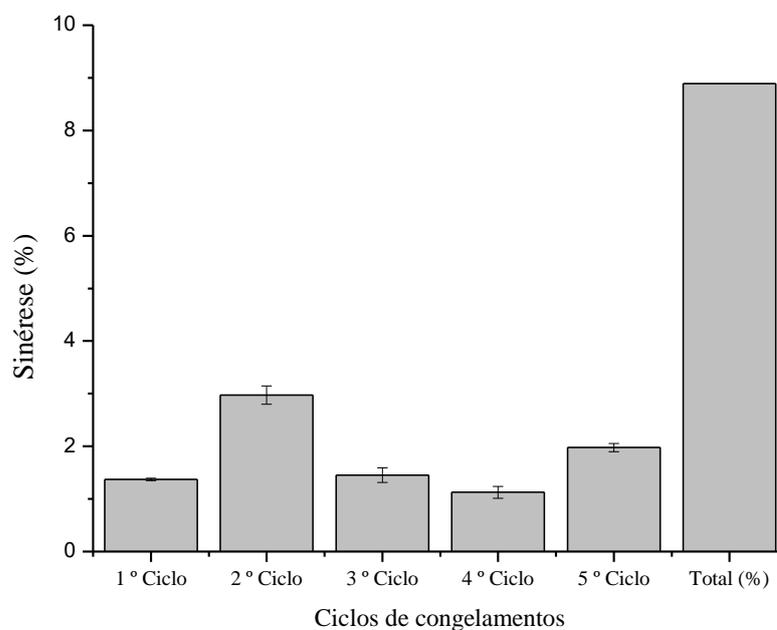
Como o amido não possui grupos apolares, a absorção de óleo é apenas um aprisionamento físico e depende da forma e do tamanho do amido. O aumento na CAO pode estar ligado à deformação na estrutura física do amido e é de grande importância, pois a gordura atua como retentor do sabor e também aumenta a percepção dos alimentos na boca (BASHIR; AGGARWAL, 2017; ALI, et al., 2016).

#### **4.3.5 Estabilidade de congelamento e descongelamento**

O amido de feijão caupi apresentou menor sinérese nas primeiras 24 h de análise com aumento na quantidade de água liberada no segundo ciclo (48 h), seguido de diminuição no

terceiro (72 h) e quarto ciclo (96 h) e tendo um aumento no ultimo ciclo (120 h) de armazenamento totalizando um teor de 8,89% de água liberada no período de 120 h, o que é considerado alto (Figura 12). Resultado semelhante foi atribuído ao amido de castanha da cultivar Yankui com 8,3 % após cinco ciclos de congelamento e descongelamento e superior ao relatado sobre amido de maca (*Lepidium meyenii* Walpers), com 4,5% de sinérese (LIU, et al., 2015; RONDÁN-SANABRIA; FINARDI-FILHO, 2009).

À medida que a retrogradação progride, a água é expelida do gel de amido devido à recristalização e reassociação de moléculas de amido. A sinérese é estimada pela quantidade de água separada durante o armazenamento do gel em baixa temperatura (por exemplo, 4° C) ou do processo de congelação-descongelação. A concentração de gel, histórico térmico e configurações de centrifugação podem impactar significativamente na sinérese do gel de amido (LI; ZHU, 2018).



**Figura 12.** Estabilidade do gel de amido de feijão caupi

Amidos com alto valor de amilose, tais como batata (20,1-31,0%), milho (22,4-32,5%) e inhame (28,7-29,9%) apresentam elevada sinérese, devido à grande quantidade de água expelida durante o processo de retrogradação (RONDÁN-SANABRIA; FINARDI-FILHO, 2009).

Este alto grau de sinérese para géis de leguminosas pode ser explicado pelo seu alto teor de amilose. A amilose é instável em água, uma vez que precipita rapidamente no início da gelificação. Assim, favorece o desenvolvimento da rigidez quando os géis são resfriados ou armazenados (BETANCUR, et al., 2001).

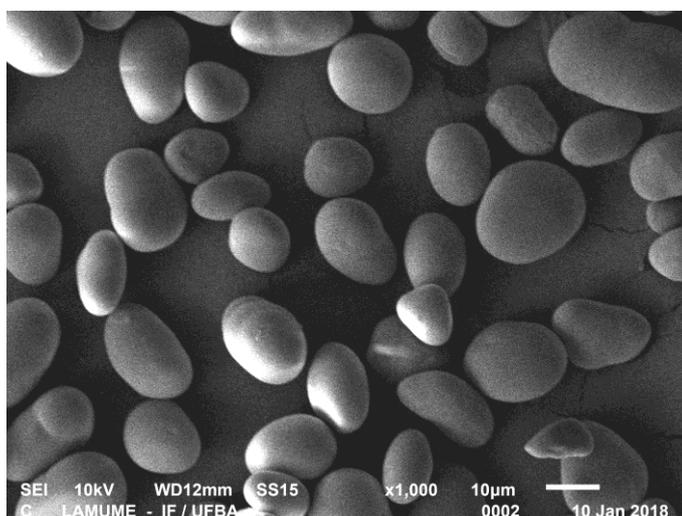
Hoover e colaboradores (1997) afirmaram que a quantidade de água excluída na fase de congelamento-descongelamento seria o resultado do aumento da magnitude das forças de ligação de hidrogênio devido à interação entre as cadeias de amido (amilose-amilose, amilose-amilopectina e amilopectina-amilopectina) durante o armazenamento sob congelamento.

A baixa estabilidade do gel do amido de feijão caupi nessas condições sugere que ele não é adequado para uso em sistemas alimentares que envolvem processos de congelamento.

#### 4.3.6 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

A microscopia eletrônica de varredura no amido de feijão caupi revelou grânulos predominantemente ovais e irregulares. As superfícies dos grânulos apresentavam-se lisas e não mostrava evidência de fissuras ou rupturas, o que demonstra grânulos íntegros e não danificados (Figura 13). Estas características estão condizentes com amidos de leguminosas relatadas anteriormente (DEMIATE, et al., 2016; REDDY, et al., 2017).

O diâmetro médio dos grânulos foi de  $11,44 \pm 0,72 \mu\text{m}$ , e estão dentro da faixa de outras leguminosas, como de amido de feijão preto ( $6,61\text{-}52,48 \mu\text{m}$ ), de feijão vermelho ( $11,5\text{-}60,3 \mu\text{m}$ ) e de grão de bico ( $5\text{-}14 \mu\text{m}$ ) (MA, et al., 2017; DU, et al., 2014; DEMIRKESEN-BICAK, et al. 2018).



**Figura 13.** Micrografia eletrônica de varredura (MEV) (em ampliação  $\times 1000$ ) de amido nativo de feijão caupi.  
FONTE: O autor

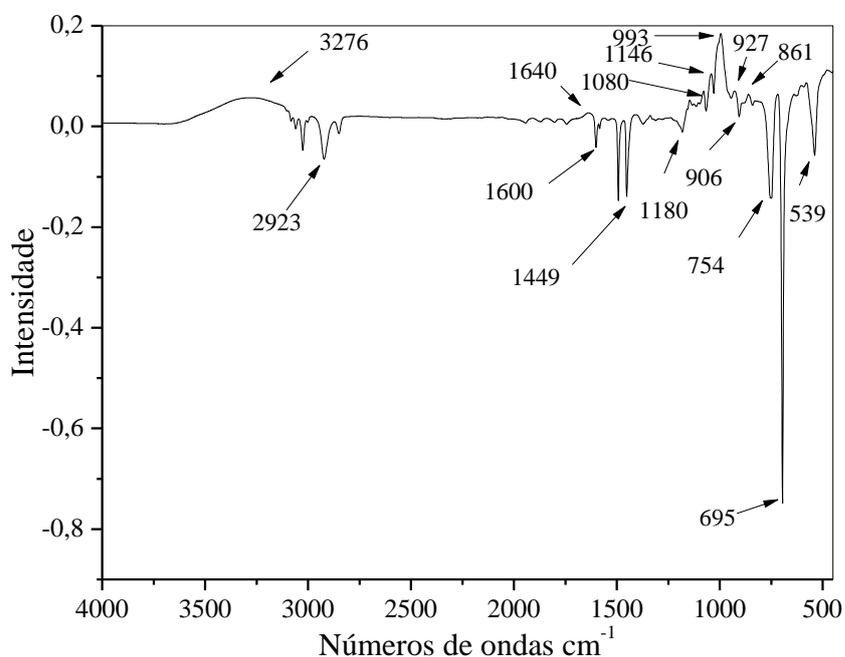
Segundo Singh et al. (2003) as propriedades físico-químicas, como o teor de amilose, o poder de inchamento e a capacidade de absorção de água, estão significativamente correlacionadas com o tamanho médio dos grânulos dos amidos. Já Ovando-Martínez et al.

(2011) aponta que as diferenças no tamanho do grânulo e a distribuição do tamanho dos grânulos também podem ter influência na digestibilidade do amido.

As diferentes morfologias dos amidos podem ser atribuídas à origem biológica, à bioquímica dos amiloplastos e à fisiologia das plantas (MA, et al., 2017).

#### 4.3.7 Espectroscopia na Região Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)

O amido isolado foi analisado usando FTIR para avaliar a existência de grupos funcionais e para a elucidação da estrutura. O espectro do amido de feijão caupi (Figura 14) exibiu bandas de absorção em torno de 754, 906, 993, 1180, 1449, 1600, 1640, 2923, 3276  $\text{cm}^{-1}$  confirmando a natureza polissacarídica do amido (WANG; REDDY; XU, 2018).



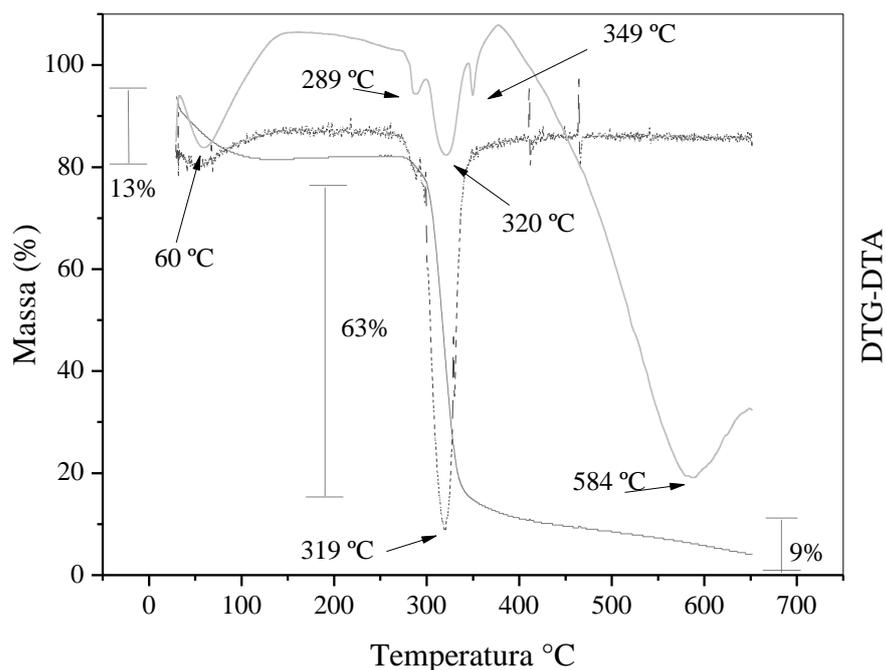
**Figura 14.** Espectro FTIR do amido de feijão caupi

A faixa larga em torno de 3276  $\text{cm}^{-1}$  representa o complexo alongamento de vibração que contém grupos hidroxila livres, inter e intra-moleculares (REDDY, et al., 2017). A faixa observada em 2923  $\text{cm}^{-1}$  corresponde à vibração de alongamento do hidrogênio em relação às ligações (C–H) associadas ao anel de glicopirranose (MOO-HUCHIN, et al., 2015). A água absorvida pelo amido aparece no espectro com uma banda média característica entre 1640-1650  $\text{cm}^{-1}$  (JAMIR; SESHAGIRIRAO, 2017). Essa banda surge das vibrações de moléculas de água adsorvidas na região não cristalina (XIONG, et al., 2017). Os picos observados entre 754 e 993  $\text{cm}^{-1}$  foram devidos à ligação de hidrogênio do grupo O–H, vibração no modo esquelético da ligação glicosídica  $\alpha$ -1,4 e estiramento C–C, respectivamente. (REDDY, et al., 2017). Na região conhecida como “impressão digital”, picos característicos de amido podem ser observados em 1146, 1080 e 993  $\text{cm}^{-1}$ , correspondente às vibrações de ligações de C–O–C

de glicose, e em 906, 927, 861, 754, 695 e 539  $\text{cm}^{-1}$ , atribuídos ao anel de piranose (MOO-HUCHIN, et al., 2015).

#### 4.4.8 Análise Termogravimétrica

O comportamento térmico do amido de feijão caupi foi investigado com análises termogravimétricas. As curvas TG/DTG e DTA do amido de feijão caupi estão apresentadas na Figura 15.



**Figura 15.** Perfil do amido de feijão caupi nas curvas de TG (—), DTG (---) e DTA (···).

As curvas TG mostra que a decomposição ocorreu em três etapas principais de perda de massa. A primeira perda em massa ocorreu de 60 °C- 100 °C, o que pode ser associado à desidratação e a perda de compostos voláteis. Nessa etapa houve a perda de  $\pm 13\%$  de umidade, valor semelhante ao encontrado na análise de umidade (12,27%), confirmando o evento com a desidratação (HORNUNG, et al., 2017).

A segunda etapa pode ser atribuída à degradação da amostra orgânica, em especial amilose e amilopectina, a qual ocorreu entre 320 °C e 338 °C, nesta etapa a amostra apresentou uma perda de massa de aproximadamente 63%. A terceira etapa foi atribuída para carbonização e formação de cinzas, o que ocorre geralmente em temperaturas acima de 550 °C, enquanto a degradação quase completa do amido pode ser observada em torno de 600 °C (NOGUEIRA, et al., 2018). A carbonização do amido do feijão caupi ocorreu na temperatura de 584 °C, enquanto a formação de cinzas (9%) na temperatura de 650 °C.

Os eventos físicos que não envolvem perda de massa são evidenciados apenas nas curvas DTA, a qual está representada na Figura 15. Nessa curva estão apresentados cinco picos endotérmicos. Na segunda etapa da curva TG, onde ocorre o maior percentual de massa perdida (63%), é possível observar a degradação dos componentes do amido através da curva de DTA representados em três picos endotérmicos. Os três picos centrais na curva DTA (289 °C, 320 °C e 349 °C) indica a presença de compostos com propriedades térmicas semelhantes, que é característico dos homopolissacarídeos, grupo onde o amido é encontrado (CORDOBA, et al., 2016).

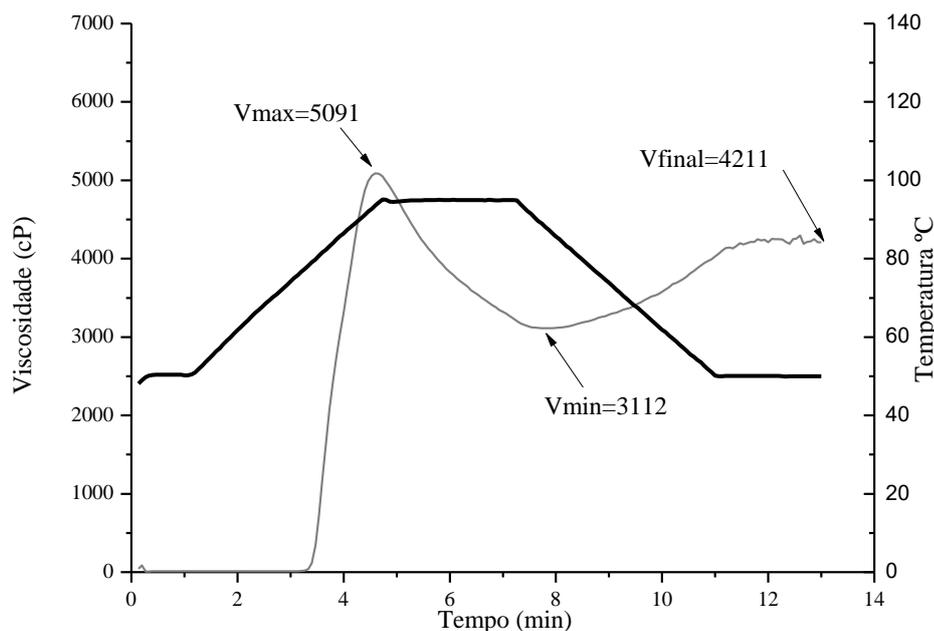
O pico endotérmico que ocorre na temperatura de 289 °C foi atribuído à degradação dos ácidos graxos. De acordo com Golestaneh, et al. (2018) a estabilidade térmica dos ácidos graxos varia em função do ácido graxo avaliado, com a decomposição em nano partículas °C entre 110 °C e 295 °C. Os picos endotérmicos vistos na curva DTA que ocorre na temperatura de 320 °C e 349 °C e pode estar relacionado processo de degradação da quebra da cadeia de amilose e amilopectina (ELMI SHARLINA, et al., 2017). Segundo Stawski (2008), as degradações das frações do amido ocorrem em duas temperaturas distintas, a primeira degradação está relacionada à amilose, iniciando a temperatura de aproximadamente de 300 °C, já a amilopectina resiste mais a degradação e sua decomposição é iniciada a cerca de 338 °C.

O pico estreito e longo da curva DTG indica que uma rápida reação de degradação ocorre nas temperaturas, de 300 a 338 ° C. A temperatura de decomposição térmica do amido de feijão caupi foi de 319,93 °C. Como resultado, o amido de feijão caupi tem boa estabilidade térmica porque não se decompõe a 190 °C (ELMI SHARLINA, et al. 2017).

#### **4.3.9 Propriedades Reológicas do amido**

O amido, quando aquecido na presença de excesso de água, é submetido à transição de fase de desordem conhecida como gelatinização em uma faixa de temperatura típica da fonte de amido. As propriedades da pasta de amido são afetadas pelos teores de amilose, lipídios e fósforo e pela distribuição dos comprimentos de ramificações da cadeia de amilopectina (MESQUITA, et al., 2016).

As características de colagem desempenham um papel importante na seleção de uma variedade para uso na indústria como espessante e aglutinante (WANG; REDDY; XU, 2018). Os resultados obtidos para as propriedades da pasta de amido de feijão caupi são apresentados na Figura 16 e Tabela 6.



**Figura 16.** Viscoamilografia da pasta do amido de feijão caupi

O pico de viscosidade da amostra, que é a capacidade do amido de inchar livremente antes de sua quebra física, foi de 5091 cP, valor próximo foi relatado para amido batata (5523 cP) e inferior para o amido de arroz (2000 cP) (LIU, 2003). Em um estudo realizado com farinha de feijão, Hamid et al. (2015) explica que o valor mais alto do pico de viscosidade pode ser atribuído ao seu maior valor de teor de amilose. Essa afirmação foi confirmada por Jan et al. (2017), em um estudo com amidos de duas variedades de quinoa, o qual relatou um baixo teor de amilose (9,46% e 12,10%) e um baixo pico de viscosidade para ambas as amostras (386,4 cP e 207 RVU).

A viscosidade mínima da amostra foi de 3112 cP, valor próximo foi relatado para amido de castanha d'água apresentando um valor de 3258 cP. Normalmente, a viscosidade mínima caracteriza-se pelo declínio na viscosidade do amido após o pico de viscosidade devido à quebra dos grânulos de amido por alta temperatura (95 °C) (WANG; REDDY; XU, 2018).

A viscosidade mínima foi seguida pela diminuição da viscosidade conhecida como quebra da viscosidade e o valor foi de 1978 cP para o feijão caupi. Segundo Wani et al. (2012), a quebra da viscosidade é a medida da vulnerabilidade do amido cozido à decomposição. Quanto maior o valor da quebra da viscosidade, menor é a capacidade da amostra de amido para suportar o aquecimento e tensão de cisalhamento durante o cozimento (ADEBOWALE; ADEYEMI; OSHODI, 2005). A quebra da viscosidade tem sido influenciada pela extensão da lixiviação da amilose, formação do complexo amilose-lipídio,

atrito entre grânulos inchados, inchaço de grânulos e competição entre amilose lixiviada e grânulos restantes para água livre (HAMID, et al., 2015).

Na quebra da viscosidade, os grânulos dilatados se rompem mais e as moléculas de amilose são lixiviadas. À medida que a temperatura diminui (50 °C), moléculas de amilose e amilopectina lixiviadas tendem a se associar novamente, e ocorre a retrogradação do amido (WANG; REDDY; XU, 2018). O alto valor da retrogradação do amido de feijão caupi (1099 cP) pode ser explicado pelo seu alto teor de amilose. Em um estudo realizado por Hamid et al. (2015), sobre farinhas de feijão caupi, foi relatado que a alta tendência de retrogradação da amostra seria indicada para produtos alimentícios como macarrão oriental sem glúten.

A viscosidade final foi de 4211 cP, valor próximo foi dado ao amido de milho com 4173 Cp e superior ao amido de feijão roxo (2569 cP) (WANG; REDDY; XU, 2018). Este parâmetro é usado para definir uma qualidade particular de amido e também indica a estabilidade da pasta de amido cozida em uso real. O aumento da viscosidade final pode ser atribuído à agregação das moléculas de amilose no resfriamento (KAUR, et al., 2007).

Por outro lado, diferenças entre as cultivares na viscosidade final esta associada a diferenças nos teores de amilose. Ao que tudo indica, os amidos com alto teor de amilose reassociam mais prontamente do que os amidos com alto teor de amilopectina. Isso ocorre porque as cadeias lineares (moléculas de amilose) podem se orientar paralelamente (WANG; REDDY; XU, 2018).

Tabela 6. Propriedades de pasta por RVA do amido de feijão caupi

<b>Parâmetros</b>	<b>Amido nativo</b>
Pico de viscosidade (cP)	5091 ± 1,10
Viscosidade mínima (cP)	3112 ± 1,95
Quebra de viscosidade (cP)	1978 ± 0,25
Viscosidade final (cP)	4211 ± 1,33
Retrogradação (cP)	1099 ± 0,54
Temperatura da pasta (°C)	78,7 ± 0,81

\* Cada valor representa a média e o desvio-padrão de duas determinações

A temperatura de pasta do amido do feijão caupi foi de 78,7 °C, valores próximos foram relatados para amidos de diferentes espécies de feijão, o qual variou entre 76,6 e 77,8 °C. A alta temperatura da pasta de amido de feijão indica que este amido tem uma maior resistência ao entumescimento e à ruptura (DU, et al., 2014).

#### 4.4 CONCLUSÃO

Amido de feijão caupi (*Vigna unguiculata* L.) é uma fonte de amido não convencional. A origem da fonte de amido, o alto teor de amilose aparente, resistência ao inchaço e elevada

temperatura de gelatinização sugerem que o amido contenha teores consideráveis de amido resistente. O amido apresentou um teor de amilose aparente de 46% e alto teor de retrogradação o que podem estar correlacionados. O amido apresentou uma boa estabilidade térmica com degradação na temperatura de 319 °C. Os espectros de FTIR do amido confirma sua natureza de carboidratos. O amido apresentou alto valor de pico de viscosidade, resistência a temperatura de pasta, porém obteve elevada tendência a retrogradar, não sendo apropriado para fórmulas infantis ou sopas desidratadas. A indústria de conservas poderá utilizar este amido, devido a sua resistência ao aumento da temperatura. O amido apresentou elevada sinérese, não sendo indicado para produtos que utilize o processo de congelamentos. A maior capacidade de absorção de água e menor absorção de óleo sugere a indicação para produtos de panificação e de fritura, pois leva a maior crocância.

### **Agradecimentos**

Os autores agradecem ao Laboratório de Tecnologia do Departamento de Engenharia de Alimentos da Universidade Federal de Feira de Santana (UEFS) e Universidade Federal da Bahia (UFBA) para apoio acadêmico, Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado da Bahia (FAPESB) pelo apoio financeiro. Agradecemos a Universidade Federal de Viçosa (UFV) e a Embrapa Mandioca e Fruticultura pelas análises realizadas. A todos os técnicos laboratoriais, e toda equipe do LABOTEC II por todo suporte dado para realização das análises. Estamos especialmente gratos a Thais Souza Amorim pela contribuição significativa para a realização deste estudo.

### **REFERÊNCIAS**

ADEBOWALE, A; ADEYEMI, I. A; OSHODI, A. A. Functional and physicochemical properties of flours of six *Mucuna* species. **African Journal of Biotechnology**, v. 4, p. 1461-1468, 2005.

- AGUNBIADE, S. O; LONGE, O. G. The physico-functional characteristics of starches from cowpea (*Vigna unguiculata*), pigeon pea (*Cajanus cajan*) and yambean (*Sphenostylis stenocarpa*). **Food Chemistry**, v. 65, n. 4, p. 469-474, 1999.
- ALI, A. et al. Comparative study of the physico-chemical properties of rice and corn starches grown in Indian temperate climate. **Journal of the Saudi Society of Agricultural Sciences**, v. 15, n. 1, p. 75-82, 2016.
- AMBIGAIPALAN, P. et al. Structure of faba bean, black bean and pinto bean starches at different levels of granule organization and their physicochemical properties. **Food Research International**, v. 44, n. 9, p. 2962-2974, 2011.
- AOAC - **Association of Official Analytical Chemists**. Official methods of analysis of the Association of the Analytical Chemists. 16th ed. Washington, 1995.
- BASHIR, K; AGGARWAL, M. Physicochemical, thermal and functional properties of gamma irradiated chickpea starch. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 97, p. 426-433, 2017.
- BETANCUR, D. A. et al. Physicochemical and Functional Characterization of Baby Lima Bean (*Phaseolus lunatus*) Starch. **Starch/Stärke**, v. 53, p. 219-226, 2001.
- BEUCHAT, L. R. Functional and electrophoretic characteristic of succinylated peanut flour proteins. **Journal Agriculture Chemistry**, v. 25, p.258-260, 1977.
- BLIGH, E. G; DYER, W. J. A rapid method for total lipid extraction and purification. **Canadian Journal of Biochemistry and Physiology**, v. 37, p. 911-917, 1959.
- CARIOCA, J.O. B. et al. Industrial Utilisation of Starch and its Derived Products in Brazil. **Starch/Starke**, v. 48, n. 9, p. 322-326, 1996.
- CHEN, Z; SCHOLS, H; VORAGEN, A. Physicochemical properties of starches obtained from three varieties of Chinese sweetpotatoes. **Journal Food Science**, v. 68, p. 431-437, 2003.
- COPELAND, L. et al. Form and functionality of starch. **Food Hydrocolloids**, v. 23, n. 6, p. 1527-1534, 2009.
- CORDOBA, L. P. et al. Effect of enzymatic treatments on thermal, rheological and structural properties of pinhão starch. **Thermochimica Acta**, v. 642, p. 45-51, 2016.
- DEMIATE, I. M. et al. Physicochemical characterization of starches from dry beans cultivated in Brazil. **Food Hydrocolloids**, v. 61, p. 812-820, 2016.
- DEMIRKESEN-BICAK, H. et al. Pullulanase treatments to increase resistant starch content of black chickpea (*Cicer arietinum* L.) starch and the effects on starch properties. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 111, p. 505-513, 2018.
- DU, S. K. et al. Physicochemical properties and digestibility of common bean (*Phaseolus vulgaris* L.) starches. **Carbohydrate Polymers**, v. 108, p. 200-205, 2014.

- ELMI SHARLINA, M. S. et al. Physicochemical Properties of Starch from *Dioscorea pyrifolia* tubers. **Food Chemistry**, v. 220, p. 225-232, 2017.
- EMIOLA, L; DELAROSA, L. Physicochemical characteristics of yam starches. **Journal of Food Biochemistry**, v. 5, p.115-130, 1981.
- FISK, C. H; SUBBAROW, Y. The colorimetric determination of phosphorus. **Journal of Biological Chemistry**, v. 66, n. 2, p. 375-400, 1925.
- GANI, A. et al. Physico-chemical, structural, pasting and thermal properties of starches of fourteen himalayan rice cultivars. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 95, p. 1101-1107, 2017.
- GOLESTANEH, S. I. et al. Thermal performance of co-electrospun fatty acid nanofiber composites in the presence of nanoparticles. **Applied Energy**, v. 212, p. 552-564, 2018.
- HAMID, S. et al. Physicochemical and functional properties of two cowpea cultivars grown in temperate Indian climate. **Cogent Food & Agriculture**, v. 1, p. 1-11, 2015.
- HE, W; WEI, C. Progress in C-type starches from different plant sources. **Food Hydrocolloids**, v. 73, p. 162-175, 2017.
- HOOVER, R. et al. Composition, molecular structure, properties, and modification of pulse starches: A review. **Food Research International**, v. 43, p. 399-413, 2010.
- HOOVER, R; LI, Y. X; HYNES, G; SENANAYAKE, N. Physicochemical characterization of mung bean starch. **Food Hydrocolloids**, v. 11, n. 4, 401-408, 1997.
- HORNUNG, P. S. et al. Enhancement of the functional properties of *Dioscoreaceas* native starches: Mixture as a green modification process. **Thermochimica Acta**, v. 649, p. 31-40, 2017.
- JAMIR, K; SESHAGIRIRAO, K. Isolation, characterization and comparative study of starches from selected *Zingiberaceae* species, a non-conventional source. **Food Hydrocolloids**, v. 72, p. 247-253, 2017.
- JAN, K. N. et al. Structural, thermal and rheological properties of starches isolated from Indian quinoa varieties. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 102, p. 315-322, 2017.
- JIMÉNEZ-HERNÁNDEZ, J; SALAZAR-MONTOYA, J.A; RAMOS-RAMÍREZE, E. G. Physical, chemical and microscopic characterization of a new starch from chayote (*Sechium edule*) tuber and its comparison with potato and maize starches. **Carbohydrate Polymers**, v. 68, p. 679-686, 2007.
- KAUR, A. et al. Physicochemical, thermal and pasting properties of starches separated from different potato cultivars grown at different locations. **Food Chemistry**, v. 101, p. 643-651, 2007.
- KIM, Y. Y; WOO, K. S; CHUNG, H. J. Starch characteristics of cowpea and mungbean cultivars grown in Korea. **Food Chemistry**, v. 263, p. 104-111, 2018.

LI, G; ZHU, F. Quinoa starch: Structure, properties, and applications. **Carbohydrate Polymers**, v. 181, p. 851-861, 2018.

LIU, C. et al. Structural and functional properties of starches from Chinese chestnuts. **Food Hydrocolloids**, v. 43, p. 568-576, 2015.

LIU, Q. **Understanding starches and their role in foods**. In: CUI, S. W. (Ed.). Food carbohydrates: chemistry, physical properties, and applications. Boca Raton, U.S.A.: CRC Press. 2005, p. 309-55.

LIU, Q.: Unpublished data. 2003

LOVERA, M; PÉREZ, E; LAURENTIN, A. Digestibility of starches isolated from stem and root tubers of arracacha, cassava, cush–cush yam, potato and taro. **Carbohydrate Polymers**, v. 176, p. 50-55, 2017.

MA, M. et al. Physicochemical properties and in vitro digestibility of legume starches. **Food Hydrocolloids**, v. 63, p. 249-255, 2017.

MARTINEZ, C. Y; CUEVAS, F. **Evaluación de la calidad culinaria y molinera del arroz**. Guía del estudio. Cali: CIAT, 1989. 75 p.

MENDES, M. L. M. et al. Efeito da acidificação nas propriedades físico-químicas e funcionais do amido de sementes de manga (*Mangifera indica* L.), variedade Tommy Atkins. **Revista Ceres**, v. 62, n.3, p. 225-232, 2015.

MESQUITA, C. B. et al. Characterization of banana starches obtained from cultivars grown in Brazil. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 89, p. 632-639, 2016.

MOO-HUCHIN, V.M. et al. Determination of some physicochemical and rheological characteristics of starch obtained from *Brosimum alicastrum* swartz seeds. **Food Hydrocolloids**, v. 45, p. 48-54, 2015.

MOORTHY, S. N. **Tuber crop starches**. 2nd ed. Thiruvananthapuram: Central Tuber Crops Research Institute, 2001. 52 p.

NAKTHONG, N; WONGSAGONSUP, R; AMORNSAKCH, T. Characteristics and potential utilizations of starch from pineapple stem waste. **Industrial Crops & Products**, v. 105, p. 74-82, 2017.

NOGUEIRA, G. F. et al. Extraction and characterization of arrowroot (*Maranta arundinaceae* L.) starch and its application in edible films. **Carbohydrate Polymers**, v. 186, p. 64-72, 2018.

OJWANG, L. O. et al. Proanthocyanidin profile of cowpea (*Vigna unguiculata*) reveals catechin-*O*-glucoside as the dominant compound. **Food Chemistry**, v. 139, n. 1-4, p. 35-43, 2013.

OVANDO-MARTÍNEZ, M. et al. Starch characteristics of bean (*Phaseolus vulgaris* L.) grown in different localities. **Carbohydrate Polymers**, v. 85, n. 1, p. 54-64, 2011.

PRZETACZEK-ROŻNOWSKA, I. Physicochemical properties of starches isolated from pumpkin compared with potato and corn starches. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 101, p. 536-542, 2017.

REDDY, C. K. et al. Morphology, crystallinity, pasting, thermal and quality characteristics of starches from adzuki bean (*Vigna angularis* L.) and edible kudzu (*Pueraria thomsonii* Benth). **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 105, Part. 1, p. 354-362, 2017.

RONDÁN-SANABRIA, G. G; FINARDI-FILHO, F. Physical–chemical and functional properties of maca root starch (*Lepidium meyenii* Walpers). **Food Chemistry**, v. 114, n. 2, p. 492-498, 2009.

SALGADO, S. M et al. Caracterização físico-química do grânulo do amido do feijão caupi. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 25, n. 3, p. 525-530, 2005.

SATHE, S. K; SALUNKHE, D. K. Isolation, Partial Characterization and Modification of the Great Northern Bean (*Phaseolus vulgaris* L.) Starch. **Journal of Food Science**, v. 46, n. 2, p. 617-621, 1981.

SCOCH, T. J; LEACH, H. W. **Determination of absolute density-liquid displacement**. In: WHISTLER, R. L. (Ed). *Methods in carbohydrate chemistry*. Nova Iorque: Academic Press, 1964, v. 4, p. 101-103.

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

STARCH EUROPE. Concerns about the EU-Mercosur Free Trade Agreement. Out. 2016. Disponível em < <https://www.starch.eu/blog/2016/10/28/starch-europe-position-eu-mercosur-fta/>> Acesso em 05 de maio de 2018.

STAWSKI. New determination method of amylose content in potato starch. **Food Chemistry**, v. 110, n. 3, p. 777-781, 2008.

TORRUCO-UCO, J; BETANCUR-ANCONA, D. Physicochemical and functional properties of makal (*Xanthosoma yucatanensis*) starch. **Food Chemistry**, v. 101, p. 1319-26. 2007.

VAMADEVAN, V; BERTOFT, E. Structure-function relationships of starch componentes. **Starch/Stärke**, v. 67, p. 55-68, 2015.

WANG, X; REDDY, C. K; XU, B. A systematic comparative study on morphological, crystallinity, pasting, thermal and functional characteristics of starches resources utilized in China. **Food Chemistry**, v. 259, p. 81-88, 2018.

WANI, I. A; SOGI, D. S; GILL, B. S. Physicochemical properties of acetylated starches from some Indian kidney bean (*Phaseolus vulgaris* L.) cultivars. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 47, p. 1993-1999, 2012.

WATERSCHOOT, J. et al. Production, structure, physicochemical and functional properties of maize, cassava, wheat, potato and rice starches. **Starch/Stärke**, v. 67, p. 14-29, 2015.

XIONG, J. et al. Interactions between wheat starch and cellulose derivatives in short-term retrogradation: Rheology and FTIR study. **Food Research International**, v. 100, n. 1, p. 858-863, 2017.

## **5. CAPÍTULO III – PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS E FUNCIONAIS DE AMIDO DE FEIJÃO MANGALÔ (*Lablab purpureus* L.)**

**Propriedades físico-químicas e funcionais de amido de feijão Mangalô (*Lablab purpureus* L.)**

**Physicochemical and Functional Properties of Mangalô Bean (*Lablab purpureus* L.) Starch**

Keila Gabrieli Matos dos Prazeres<sup>a</sup>; Geany Peruch Camilloto<sup>b</sup>; Renato Souza Cruz<sup>b</sup>

<sup>a</sup> Programa de Pós-Graduação de Ciência de Alimentos, Faculdade de Farmácia, Campus Ondina, Universidade Federal da Bahia, Salvador-BA.

<sup>b</sup> Departamento da Universidade Federal de Feira de Santana.

### **Resumo**

O amido é um carboidrato encontrado em abundância na natureza, e pode ser extraído de diversas fontes botânicas. A crescente procura por novas fontes amiláceas faz com que fontes não convencionais de amidos, seja alvo de diversas pesquisas. O objetivo deste trabalho foi fornecer uma visão geral das propriedades físico-químicas e estruturais do amido de feijão mangalô. A composição química do amido de feijão de mangalô foi: 9,37 % de umidade, 0,18% de cinzas, 0,09% de lipídios, 0,007% de fósforo e 45,32% de amilose aparente. Os padrões DRX confirmaram a presença de cristalinidade tipo C, o qual é típico de leguminosas. Estudos de TG-DTA indicaram que o amido isolado tem a capacidade de suportar altas temperaturas. A grande capacidade de absorção em água sugere a incorporação do amido em produtos cozidos e enlatados.

**Palavras-chave:** Leguminosas; feijão verde; polímeros; propriedades funcionais; aplicabilidade.

### *Abstract*

Starch is a carbohydrate found in large quantities in nature, and can be extracted from various botanical sources. The search for new amylaceous sources makes unconventional sources of starches the target of several researches. The object is to provide an overview of the physical and chemical properties of lablab bean starch. The chemical composition of lablab beans starch was: 9.37% moisture, 0.18% ash, 0.09% lipid, 0.07% phosphorus and 45.32% apparent amylose. The DRX standards confirm the presence of type C crystalline, which is typical of legumes. Studies of TG-DTA indicated that the almond was able to withstand high temperatures. A large carrying capacity may suggest a mixture of baked and canned products.

**Keywords:** Legumes; green bean; polymers; functional properties; applicability.

## **5.1 INTRODUÇÃO**

O amido é o principal carboidrato de reserva energética das plantas, o qual é composto por dois polissacarídeos denominados de amilose e amilopectina, representada respectivamente pela sua configuração linear e ramificada. (ŠÁRKA; DVOŘÁČEK, 2017). A proporção destas frações caracteriza o amido (ZORTÉA-GUIDOLI, et al., 2017).

A produção mundial de amido é de aproximadamente dois bilhões de toneladas por ano, que inclui cereais, como arroz, milho, trigo, cevada e outros (FAO, 2017). As fontes de amido variam em todo o mundo e suas propriedades funcionais também podem ser diferentes dependendo da cultivar e das condições de crescimento (LUCHESE; SPADA; TESSARO, 2017).

O amido puro é branco, inodoro, insípido e insolúvel em água fria e em solventes orgânicos (ELMI SHARLINA, et al., 2017). Uma das principais características dos amidos é a sua versatilidade como agente gelificante, espessante, aglutinante e estabilizador de emulsão (ELMI SHARLINA, et al., 2017; TORRES, et al., 2017). A versatilidade das diferentes fontes botânicas de amido vem impulsionando o interesse da indústria por esse polissacarídeo (DAUDT, et al., 2014).

Diversas pesquisas têm sido realizadas para identificar características especiais de amido de diferentes fontes, sejam convencionais ou não. Os amidos convencionais como de milho, arroz, mandioca e batata são bastante estudados (ABEGUNDE, et al., 2013; DEMIATE, et al., 2016; SÁNCHEZ, et al., 2017; ZHU, 2017; MAHMOOD, et al., 2017; TAN, et al., 2017). Entretanto, os amidos menos comuns precisam ser investigados, por exemplo, como o de leguminosas.

*Lablab purpureus* L. ou feijão Mangalô, é uma espécie vegetal da família das leguminosas, e apresenta diversas variedades em todo o mundo (LACERDA et al., 2017). Esta leguminosa é adaptável a seca e consegue resistir a diversas condições climáticas, o que possibilita o cultivo o ano todo (FAO, 2018). Embora esta espécie seja uma fonte rica em proteínas (20,19%) e amido (41,86%), a presença de fatores antinutricionais e toxinas limitaram seu consumo direto (SOUZA, et al., 1992).

O objetivo do presente trabalho foi investigar os aspectos físico-químicos e propriedades funcionais do amido do feijão Mangalô (*Lablab purpureus*) imaturo, visando ampliar o conhecimento sobre suas possíveis aplicações industriais.

## **5.2 MATERIAL E MÉTODOS**

### **5.2.1 Materiais**

O presente trabalho foi realizado no laboratório de panificação do Departamento de Tecnologia da Universidade Estadual de Feira de Santana (UEFS). As sementes de feijão mangalô (Figura 17) (*Lablab purpureus*) no estágio de maturação verde foram adquiridas no centro de abastecimento e comércio local da cidade de Feira de Santana-BA. Todos os produtos químicos utilizados neste estudo foram de grau analítico.



**Figura 17.** Imagem da espécie de feijão e seu amido isolado. (A) Feijão mangalô no estágio de maturação verde. (B) Amido de feijão mangalô.

Fonte: O autor

### 5.2.2 Extração do amido

Inicialmente o feijão foi higienizado em água potável, sanitizado em solução de 200 ppm de cloro residual e secos à temperatura ambiente. A extração do amido foi baseado na metodologia descrita por Sathe e Salunkhe (1981), com adaptações. A matéria-prima foi triturada em liquidificador, com adição de água, na proporção de 2:1 (água: feijão) por aproximadamente 5 minutos. Após a desintegração, o material foi prensado em tecido voal, sendo o permeado lavado quatro vezes com água destilada. Para cada lavagem, uma etapa de decantação foi realizada durante 4 horas sob-refrigeração (6 °C). O sobrenadante foi descartado e o material resultante foi seco em estufa a 40 °C, durante 24 horas. Após seco, o amido foi desintegrado em moinho de facas e peneirado em peneira de 80 *mesh* e armazenado em recipiente de vidro com tampa à temperatura ambiente até o momento da análise. O rendimento de extração foi calculado usando a Equação (1):

$$\text{Rendimento (\%)} = \frac{\text{Amido extraído (g)} \times 100}{\text{Semente total (g)}} \quad (1)$$

### 5.2.3 Composição Química

Foram realizadas as análises de umidade pelo método gravimétrico, em estufa com circulação de ar a 105 °C até peso constante (AOAC, 1995); lipídeos totais segundo a metodologia descrita por Bligh & Dyer (1959), utilizando as misturas dos solventes: clorofórmio, metanol e água. A quantidade de cinzas presente no amido foi determinada em forno-mufla a 550 °C, até peso constante (AOAC, 1995). O elemento fósforo foi determinado

de acordo com o método descrito por Fisk e Subarow (1925) por espectrofotometria na região do visível a 420 nm.

#### 5.2.4 Densidade absoluta do amido

A densidade absoluta do amido foi determinada por meio do deslocamento de líquido segundo metodologia recomendada por Schoch e Leach (1964). A densidade absoluta (D) do amido foi calculada de acordo com a Equação (2):

$$D \text{ (g/ml)} = \frac{a \cdot b}{a+b-c} \quad (2)$$

Onde: a = peso do amido em gramas; b = peso do frasco com xileno; c = peso do frasco com xileno e amostra; d= densidade do xileno; Densidade do xileno= Densidade / 20°C: 0,860 (861 kg/m<sup>3</sup>).

#### 5.2.5 Teor de amilose aparente

O teor de amilose aparente foi determinado por método colorimétrico, com leitura a 610 nm em espectrofotômetro conforme descrito por Martinez e Cuevas (1989). A amostra de amido (100 mg) foi pesada e adicionada 1 mL de álcool etílico 96% GL e 9 mL de solução de NaOH 1 N e a suspensão foi aquecida (100 °C). A amostra dispersa foi transferida para um balão volumétrico de 100 mL e o volume foi completado com água destilada. Em um balão de 100 mL foi pipetada um alíquota de 5 mL da solução anterior e adicionado 1 mL de ácido acético 1 N e 2 mL de solução de iodo 2% (p/v), onde foi completado o volume de cada balão volumétrico com água destilada. O teor de amilose foi determinado a partir de uma curva analítica desenvolvida usando 40 mg de amilose pura (Sigma).

#### 5.2.6 Capacidade de absorção de água e de óleo

Para esta determinação, foi usado o método de Beuchat (1977), com adaptações. Um volume de 10 mL de água (destilada) ou do óleo (Óleo de Soja- Marca Soya) foi adicionado a 1 g da amostra pesada em tubos de centrífuga. A suspensão foi homogeneizada em vortex á 25 °C ± 2 durante 30 segundos e em seguida deixada em repouso por 30 minutos. Posteriormente os tubos foram fechados e centrifugados, por 15 minutos, a 3018 g. As paredes externas dos tubos foram secas, e os tubos pesados. A massa da água ou do óleo absorvidas foi expressa em g.100g<sup>-1</sup> de amido em base seca. A absorção de água e óleo foi calculada através da Equação (3).

$$CA \text{ (g/100 g}^{-1}\text{)} = (pc - ps) \times 100 \quad (3)$$

Onde: CA= Capacidade de absorção (água ou óleo); pc = Peso do tubo com a amostra após centrifugação; ps = Peso do tubo com a amostra seca.

### 5.2.7 Ciclo de congelamento e descongelamento

Uma suspensão aquosa de amido (5 g/100 g) foi aquecida a 95 °C com agitação suave constante durante 30 min, e depois se arrefeceu para a temperatura ambiente num banho de água gelada. A pasta foi pesada (15 g) em tubos de centrífuga e sujeitas a cinco ciclos de congelamento e descongelamento sucessivos. As amostras foram congeladas a - 18 °C durante 24 h e descongeladas a 30 °C durante 1,5 h, seguido por centrifugação a 3018 g durante 30 min. O sobrenadante eliminado a partir do gel foi pesado, e a extensão da sinérese foi expressa como a percentagem de líquido separado por peso total de amostra no tubo de ensaio (LEE; YOO, 2011).

$$\text{Sinérese (\%)} = \frac{\text{Massa de água do sobrenadante (g)}}{\text{Massa do gel (g)}} \times 100 \quad (4)$$

### 5.2.8 Microscopia Eletrônica de Varredura

Para a análise dos grânulos de amido de feijão mangalô foi utilizado o metalizador da DENTON VACUUM, modelo DESK V onde as amostras foram metalizadas por 2 min. depois analisadas no microscópio eletrônico de varredura da JEOL, modelo JSM-6610LV de voltagem máxima de 30 kV.

### 5.2.9 Análise de Potencial Zeta

As medidas de tamanho de partícula do amido de feijão mangalô foram realizadas usando um Zeta-sizer (Zetasizer NanoZS, Malvern). Uma suspensão de 0,01% de amido de feijão mangalô foi preparada e homogeneizada em balão volumétrico. Um determinado volume de suspensão de partículas de amido foi injetado na célula Zeta-sizer e as medidas de tamanho foram registradas após atingir valores estáveis (MUKURUMBIRA, et al., 2017).

### 5.2.10 Difração de Raios-x (DRX)

O padrão de DRX do amido de mangalô foi obtido em Difrátômetro de Raios-X Shimadzu, modelo XRD-6000 com monocromador de grafite operando com radiação CuK ( $\lambda = 1,5405 \text{ \AA}$ ) a 40 kV, 30 mA, 0,02 (fenda) na região de 5-80 2 $\theta$  (LEMOS, et al., 2017).

### 5.2.11 Espectroscopia de absorção na região do infravermelho (FTIR)

Para a caracterização do amido, as amostras foram submetidas à análise em espectrofotômetro de absorção na região do infravermelho com transformada de Fourier da Perkin Elmer, modelo Spectrum Two no modo de transmitância com varredura de  $4000\text{ cm}^{-1}$  a  $400\text{ cm}^{-1}$  (LIMA et al., 2012).

#### **5.2.12 Análise Termogravimétrica**

A análise termogravimétrica (Analisador térmico DTG-60: SHIMADZU) de amido nativo de feijão mangalô foi realizada para avaliar a estabilidade térmica de amostras sob fluxo de nitrogênio de  $50\text{ mL} / \text{min}^{-1}$ . As amostras foram aquecidas de  $30\text{ }^{\circ}\text{C}$  a  $650\text{ }^{\circ}\text{C}$  com uma taxa de aquecimento de  $10\text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$ .

#### **5.2.13 Análise reológica –Rapid Visco Analyser (RVA)**

A determinação das propriedades de pasta ocorreu em equipamento RVA (Newport Scientific), EMBRAPA Mandioca e Fruticultura, segundo a metodologia de DINIZ (2006). A amostra, na concentração de 10%, foi submetida à temperatura de  $50\text{ }^{\circ}\text{C}$  por 1 minuto e depois aquecida até  $95\text{ }^{\circ}\text{C}$  numa taxa de  $6\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , permanecendo nessa temperatura por 7 minutos. Em seguida, resfriou-se a amostra até  $50\text{ }^{\circ}\text{C}$  numa taxa de  $6\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ . Nessa análise foram obtidos os valores de temperatura de pasta, viscosidades máxima, mínima e final, quebra de viscosidade (diferença entre a viscosidade máxima e mínima) e tendência à retrogradação (diferença entre a viscosidade final e mínima) (OLIVEIRA, et al., 2009).

### **5.3 RESULTADOS E DISCUSSÃO**

#### **5.3.1 Composição química do amido**

O rendimento de extração do amido de feijão mangalô foi de  $6,13 \pm 0,24\%$ , valores superiores foram encontrados em amido de feijão-arroz (*Vigna umbellata*) e amido de batata doce, com valores de  $20,6 \pm 0,6\%$  e  $10,9 \pm 1,10\%$ , respectivamente (MAARAN, et al., 2014; MOORTHY, 2002). O baixo rendimento do amido de feijão mangalô pode ser atribuído à presença de uma fração de fibras finas altamente hidratadas que é derivada da parede celular que envolve os grânulos de amido. Razões adicionais podem ser atribuídas à presença de algumas proteínas insolúveis e à associação compacta de grânulos de amido de feijão mangalô com outras biomoléculas que poderiam estar presentes (ASHOGBON; AKINTAYO, 2013).

O amido de feijão mangalô apresentou umidade de  $9,37 \pm 0,21\%$  (Tabela 1), a qual está dentro do limite recomendado para armazenamento seguro (máximo de 13%). A diferença de umidade entre os amidos de batata, mandioca, milho, quinoa e feijão mangalô (Tabela 7) pode estar relacionada a diferença de fonte botânica e dos métodos de extração (NOOR, et al., 2014).

Tabela 7. Composição química do amido de feijão mangalô e amidos de outras fontes botânicas.

<b>Amido</b>	<b>Umidade (%)</b>	<b>Lipídios (%)</b>	<b>Cinzas (%)</b>	<b>Fósforo (%)</b>
Milho <sup>1</sup>	$13,63 \pm 0,05$	$0,51 \pm 0,01$	$0,32 \pm 0,01$	-
Arroz <sup>2</sup>	-	-	-	-
Mandioca <sup>3</sup>	$10,5 \pm 0,0$	$0,10 \pm 0,0$	$0,24 \pm 0,01$	-
Batata <sup>3</sup>	$8,1 \pm 0,4$	$0,46 \pm 0,13$	$0,28 \pm 0,01$	-
Quinoa <sup>4</sup>	$8,49 \pm 0,29$	$0,40 \pm 0,11$	$0,22 \pm 0,02$	-
Feijão preto <sup>5</sup>	-	$0,13 \pm 0,00$	$0,15 \pm 0,00$	$0,008 \pm 0,000$
Feijão Mangalô	$9,37 \pm 0,21$	$0,09 \pm 0,00$	$0,18 \pm 0,03$	$0,007 \pm 0,003$

Os valores são as médias  $\pm$  desvio padrão de três determinações (n = 3). Referências <sup>1</sup>PRZETACZEK-ROŻNOWSKA, 2017; <sup>2</sup>NAKTHONG, et al., 2017; <sup>3</sup>LOVERA, et al., 2017; <sup>4</sup>JAN, 2017; <sup>5</sup>AMBIGAIPALAN, et al., 2011.

O amido de feijão mangalô apresentou baixo teor de lipídios ( $0,09 \pm 0,00\%$ ) comparado com os amidos de batata, milho e quinoa (Tabela 7). Valores próximos foram relatados para amido de mandioca ( $0,10 \pm 0,0\%$ ) e feijão preto ( $0,13 \pm 0,00\%$ ) (LOVERA, et al., 2017; AMBIGAIPALAN, et al., 2011). Entende-se que a presença de lipídeos no amido seja capaz de diminuir a susceptibilidade da amilose à hidrólise e evitar sua lixiviação durante a gelatinização, além de inibir o inchamento dos grânulos durante o aquecimento e reduzir a capacidade de absorção de água (LI et al., 2016a).

O teor de cinzas do amido foi de  $0,18 \pm 0,03\%$ , o qual apresentou valor semelhante ao amido de feijão preto e quinoa e inferior aos de batata, mandioca e milho (Tabela 7). Esses resultados estão de acordo com as especificações exigidas pela Legislação brasileira para amidos comerciais utilizados na indústria de alimentos que permite 0,5% de cinzas (BRASIL, 1987).

O teor de fósforo encontrado no amido de feijão mangalô foi de  $0,07 \pm 0,00\%$  (Tabela 7). O fósforo, na forma de fosfato presentes no amido, podem afetar significativamente suas propriedades físico-químicas, enfraquecendo a associação intermolecular e conseqüentemente reduzindo a temperatura de gelatinização (NWOKOCHA E WILLIAMS, 2009). O fósforo quando ligado de forma covalente ao grânulo de amido é capaz de auxiliar a incorporação de moléculas de água, devido à sua organização iônica e, assim, alterando as propriedades

funcionais do amido, tais como gelatinização, retrogradação, viscosidade e poder de inchaço (MESQUITA et al. 2016).

### 5.3.2 Densidade absoluta

A densidade, o amido de feijão mangalô apresentou um valor de 1,49 g/mL, valor superior foi relatado para amido de fruta pão com a densidade de 1,71 g/mL (KOH; LONG, 2012). A densidade é um fator importante no processo de extração, dado que este parâmetro influencia economicamente na decisão de qual variedade processar. Quanto maior a densidade do amido menor será o tempo de retenção nos decantadores e/ou nas centrífugas (NUNES; SANTOS; CRUZ, 2009).

### 5.3.3 Teor de amilose aparente

O teor de amilose aparente do amido de feijão mangalô foi de  $45,32 \pm 0,50\%$ , próximos aos valores relatados de amido de gengibre ( $43,0 \pm 1,8\%$ ) e amido de feijão preto ( $30,74 \pm 0,95\%$ ) (POLICEGODRA; ARADHYA, 2008; SHUANG-KUI, et al., 2014) e inferior ao observado para amido de feijão azuki (*Vigna angularis* L.), que apresentou o teor de  $19,18 \pm 0,62\%$  (REDDY; LUAN; XU, 2017). A concentração de amilose apresenta efeito significativo nas propriedades funcionais e físico-químicas do amido, como na colagem, gelatinização, retrogradação e no inchaço dos grânulos de amido (KAUR; SANDHU; LIM, 2010). Em um estudo realizado com onze espécies de amido de feijões, os autores observaram a variação entre 27,0 a 35,9% do teor de amilose entre estas leguminosas (DEMIATE, et al., 2016), valores menores do que os observados no presente trabalho. Os resultados obtidos para o amido de feijão mangalô estão de acordo com o estudo de He e Wei (2017), que indica que o teor de amilose para amido de sementes de leguminosas pode variar na faixa de 17 a 52%. Segundo Ma et al. (2017), a variação no teor de amilose está correlacionada com a diferença entre fontes botânicas, condições climáticas e tipo de solo.

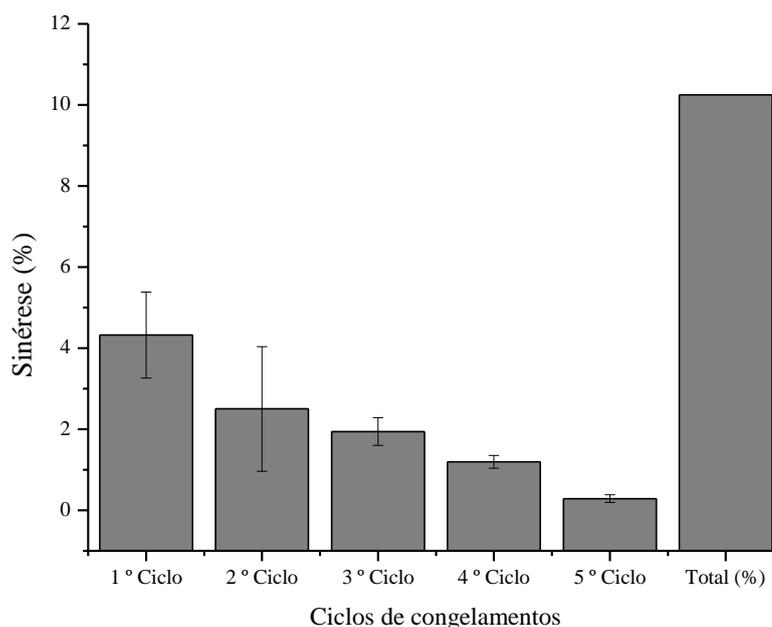
### 5.3.4 Capacidade de absorção de água e óleo

O amido de feijão mangalô apresentou maior capacidade de absorção em água (CAA) (92,29 g/100 g) que em óleo (CAO) (64,75 g/100 g). Valores próximos foram relatados para amido nativo de amêndoa do caroço de manga, com absorção de água e óleo de 98,58 e 59,78 g/100 g, respectivamente (MENDES; BORA; RIBEIRO, 2012). A CAA geralmente depende da estrutura molecular, das regiões cristalinas e amorfas dentro do amido e da distribuição do

tamanho do grânulo. É uma função de numerosos parâmetros, como a presença de ligações de hidrogênio, características conformacionais e a disponibilidade de grupos hidrofílicos entre os amidos. A capacidade de absorção de óleo é dependente do aprisionamento físico do óleo na estrutura do amido (WANI, et al., 2015; REDDY; LUAN; XU, 2017; SHAH, et al., 2017; BASHIR; AGGARWAL, 2017).

### 5.3.5 Estabilidade de congelamento e descongelamento

O amido de feijão mangalô apresentou alta sinérese e, portanto, baixa estabilidade nos ciclos de congelamento e descongelamento (Figura 18). A quantidade de água separada dos géis durante o congelamento foi elevada no primeiro ciclo e logo foi diminuindo com o tempo de armazenamento. No total do ciclo de congelamento e descongelamento o gel do amido de feijão mangalô apresentou uma sinérese de 10,24%. Valor inferior foi observado para o amido de diferentes espécies de castanha, a qual variou de 4,6-8,3% (LIU, et al., 2015).



**Figura 18.** Estabilidade do gel de amido de feijão mangalô

As pastas de amido sofrem transformações estruturais por resfriamento lento ou natural, após tratamento térmico que no conjunto são relatadas como retrogradação. A retrogradação ocorre quando as moléculas de amido se reassociam e formam estrutura ordenada. Durante esse processo, há liberação de água, fenômeno denominado de sinérese (OLIVEIRA, et al., 2009).

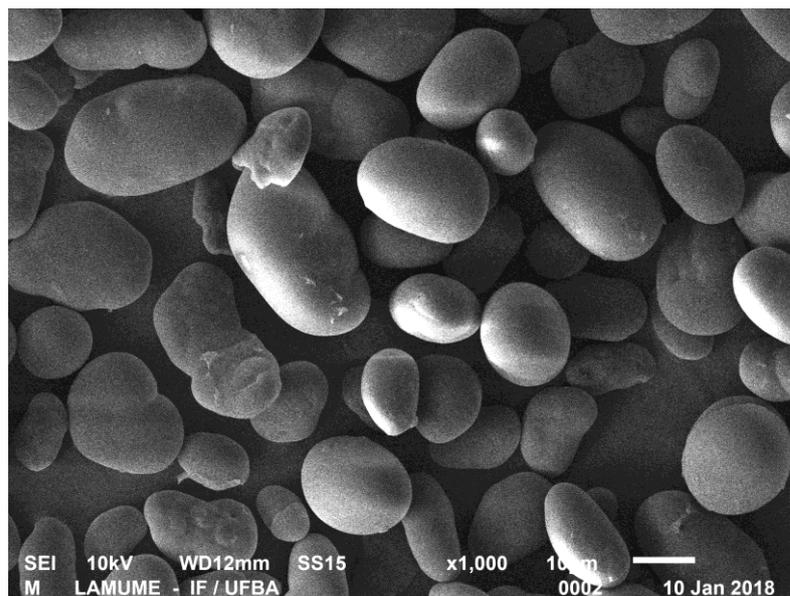
A agregação de amilose e a cristalização foram relatadas como sendo concluídas nas primeiras horas de armazenamento, enquanto a agregação de amilopectina e a cristalização ocorrem em estágios posteriores (TORRUCO-UCO; BETANCUR-ANCONA, 2007). O elevado teor de amilose do amido de feijão mangalô pode explicar alta sinérese durante os primeiros ciclos de congelamento e descongelamento.

A baixa estabilidade do gel do amido de feijão mangalô nessas condições sugere que ele não é adequado para uso em sistemas alimentares que envolvem processos de congelamento.

### 5.3.6 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As características morfológicas dos amidos de feijão mangalô foram analisadas por MEV e representadas na Figura 19. As superfícies dos grânulos de amido de feijão mangalô pareciam suaves e lisas com presença de algumas ranhuras e rugosidade em alguns grânulos, assim como relatado para amido de feijão do cultivar Pinto Durango (*Phaseolus vulgaris* L.) (OVANDO-MARTÍNEZ, et al., 2011).

O diâmetro médio dos grânulos dos amidos dos feijões mangalô foi de  $17,33 \pm 1,65$   $\mu\text{m}$ , e estão dentro da faixa de diâmetros médios relatados para outras leguminosas (MA, et al., 2017; DU, et al., 2014; DEMIRKESEN-BICAK, et al. 2018). Este resultado concorda com as características morfológicas e diâmetro médio para os amidos obtidos de três variedades da mesma espécie (*Lablab purpureus*), o qual que variou entre 17,77- 19,76  $\mu\text{m}$  (NWOKOCHA; SOETANB; WILLIAMS, 2010).



**Figura 19.** Micrografia eletrônica de varredura (MEV) (em ampliação  $\times 1000$ ) de amido nativo de feijão mangalô

A biossíntese de amido induz variabilidade natural em moléculas de amilose e amilopectina, que podem ser responsáveis pela diversidade de grânulos (MA et al., 2017). A distribuição granulométrica do amido gerou grande interesse nos últimos tempos e vários estudos examinaram a influência da distribuição.

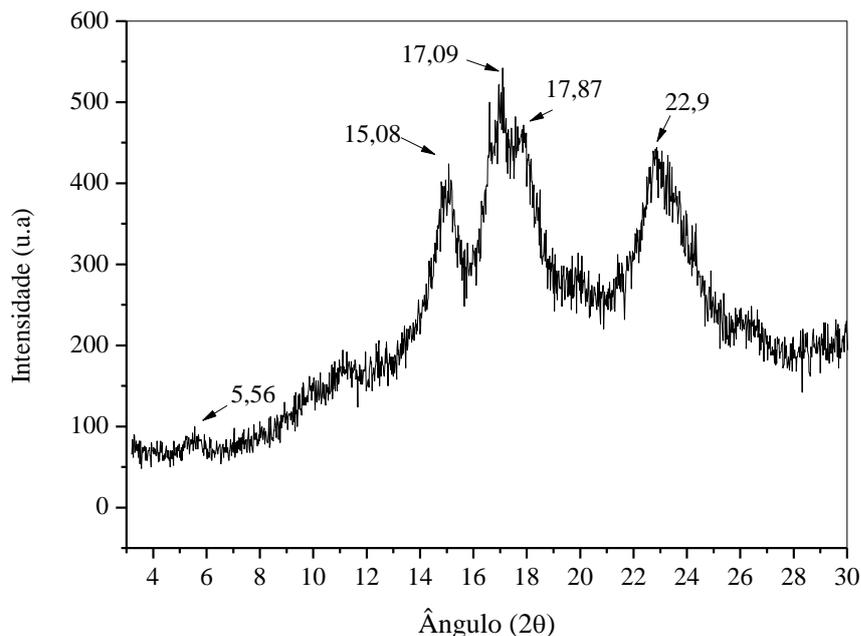
### 5.3.7 Potencial Zeta e Índice de Polidispersividade

A carga superficial desempenha um papel fundamental quando o amido é combinado com outros biopolímeros para o revestimento de gotículas em diferentes configurações de emulsão (UTRILLA-COELLO et al., 2014). O potencial zeta é um índice comumente usado para quantificar cargas em biopolímeros. O amido de feijão mangalô apresentou cargas negativas com valor do potencial zeta de  $-15$  mV demonstrando tendência a se aglomerar. O amido tem carga superficial negativa porque os grupos hidroxilo tendem a se ionizar em água. Segundo Utrilla-Coello et al. (2014), existe uma correlação positiva entre o teor de amilose e o potencial zeta, sugerindo que as moléculas de amilose afetam em grande parte a atividade eletroquímica dos sistemas coloidais. O valor médio do índice de polidispersividade (*PDI*) foi superior a 0,5, indicando que o tamanho das partículas de amido de feijão mangalô segue um padrão de distribuição heterogênea (LI, et al., 2016b).

### 5.3.8 Difração de Raios X

O amido é um biopolímero contendo grânulos semi-cristalinos com padrões polimórficos variáveis, que são caracterizados em tipos A, B e C, com base em seus padrões

de raios-X (QIN, et al., 2016). O difratograma de raios-X do amido obtido a partir do feijão de mangalô no estagio de maturação verde apresentou picos característicos em torno de  $5,6^\circ$ ,  $15^\circ$ ,  $17,9^\circ$  e  $22,9^\circ$  em  $2\theta$  (Figura 20). Estes resultados indicam que o amido de feijão mangalô apresenta um padrão cristalino de tipo C (uma mistura de tipo A e B), que é a característica de amido de leguminosas (MIAO; ZHANG; JIANG, 2009; HE; WEI, 2017). Segundo He e Wei (2017), o amido de tipo A exibe dois fortes picos de difração a cerca de  $15^\circ$  e  $23^\circ$   $2\theta$  e um duplete em torno de  $17^\circ$  e  $18^\circ$   $2\theta$ , já o amido de tipo B possui um pico de difração mais forte a cerca de  $17^\circ$   $2\theta$ , e poucos picos pequenos em torno de  $15^\circ$ ,  $22^\circ$  e  $24^\circ$   $2\theta$ , e um pico característico a cerca de  $5,6^\circ$   $2\theta$ . Este resultado corrobora com estudos anteriores para amidos de diferentes espécies de feijões (AMBIGAIPALAN, et al., 2011; MAARAN, et al., 2014). De acordo com He e Wei (2017), o amido de tipo C pode ainda ser dividido em três tipos: tipo  $C_A$  (mais próximo ao tipo A), tipo  $C_B$  (mais perto do tipo B) e tipo  $C_C$  (tipo C típico). O padrão DRX do amido típico de tipo C dá picos singulares a cerca de  $17^\circ$  e  $23^\circ$   $2\theta$ , e alguns picos pequenos em torno de  $5,6^\circ$  e  $15^\circ$   $2\theta$ . Os padrões DRX dos amidos de tipo  $C_A$  e  $C_B$  são semelhantes aos de tipo C, mas há um pico de ombro em cerca de  $18^\circ$   $2\theta$  e um forte pico de singleto a  $23^\circ$   $2\theta$  para amido de tipo  $C_A$  e dois picos de ombro a cerca de  $22^\circ$  e  $24^\circ$   $2\theta$  para amido de tipo  $C_B$ . Por essa classificação o amido de feijão mangalô pertence ao tipo  $C_A$ , esta classificação também foi correspondente para o amido de feijão fava (CAI, et al, 2014). Segundo Cai et al. (2014) valores mais altos para temperaturas de gelatinização são atribuídos a amidos com padrão de cristalinidade tipo C e  $C_A$ . De acordo com Huang, et al. (2007), o padrão de difração de raios-X pode depender da origem do amido assim como as condições de crescimento ambiental.

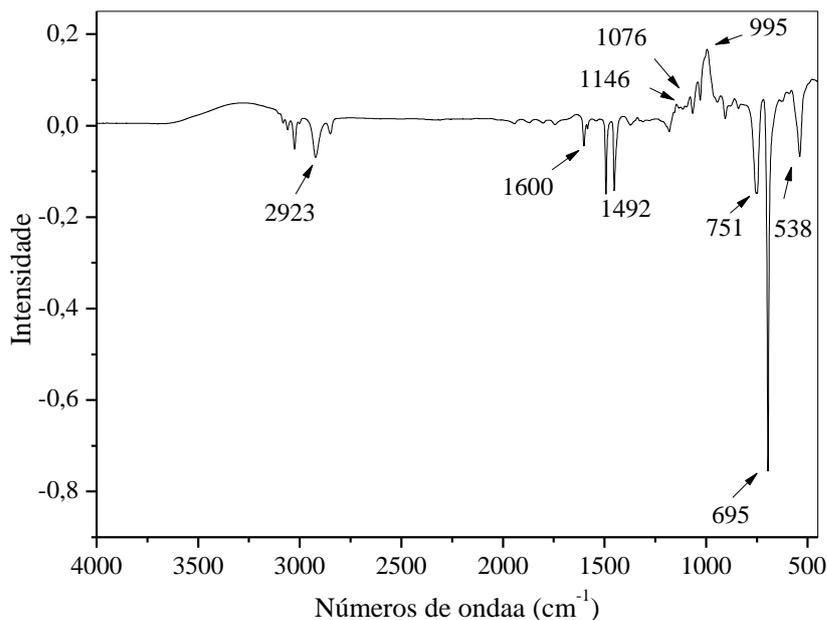


**Figura 20.** Difratograma de Raios-X de amido de feijão mangalô

De acordo com resultados exibidos por Salgado et al. (2005), a maturação também é um dos fatores que influenciam no grau de cristalinidade do amido. Seu estudo relata que a mesma espécie de feijão em diferentes graus de maturação, maduro e verde, exibiram grau de cristalinidade tipo A e C, respectivamente. Portanto, o fato de os amidos apresentarem padrões de difração diferentes é um indicativo de que eles possuem uma diferença na estruturação da dupla hélice que forma o cristal, e isto também implica na definição de suas propriedades funcionais (WEBER; COLLARES-QUEIROZ). Outros padrões do tipo A, B e C, foram relatados para amido de milho (LUCHESE; SPADA; TESSARO, 2017), para amido de batata (PARADA; AGUILERA, 2012), e para amido de grão-de-bico e feijão caupi (HUANG, et al., 2007), respectivamente.

### 5.3.9 Espectroscopia na Região Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR)

A caracterização estrutural de amostra do amido nativo de feijão mangalô foi realizada através da espectroscopia na região de infravermelho com transformada de Fourier. A Figura 21 exhibe os espectrogramas de amido de feijão mangalô. As bandas características do amido são divididas em três regiões principais: região de estiramento de O-H (entre 3000 e 3600  $\text{cm}^{-1}$ ), regiões de alongamento de C-H (2800-3000  $\text{cm}^{-1}$ ) e região de impressão digital (abaixo de 800  $\text{cm}^{-1}$ , 800-1500  $\text{cm}^{-1}$ ), na qual configura a individualidade de cada amostra (JOSHI, et al., 2013; MOO-HUCHIN, et al., 2015; TEIXEIRA, et al., 2018).



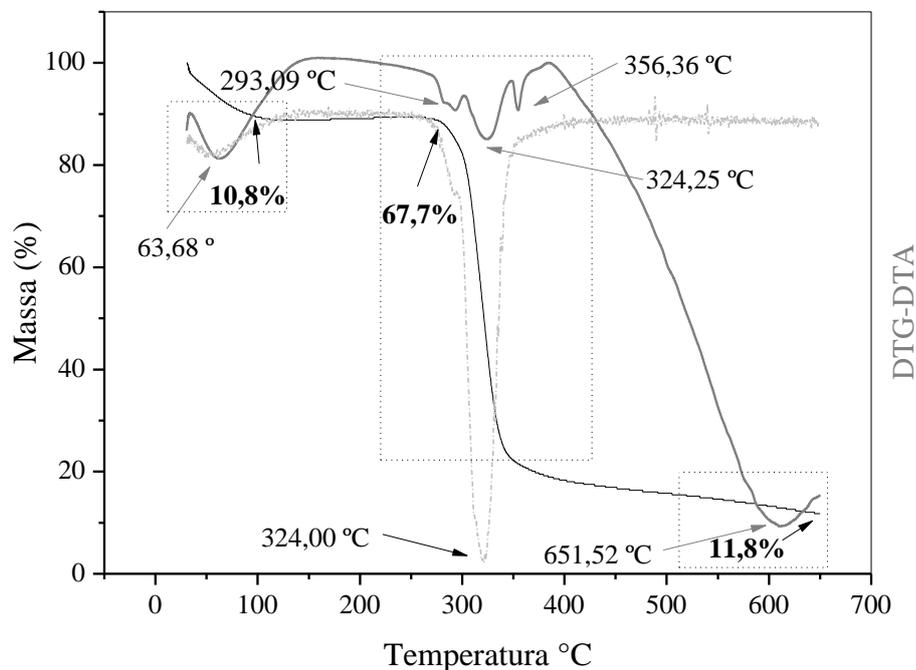
**Figura 21.** Espectro FTIR do amido de feijão mangalô

O resultado da análise exibe o surgimento de uma banda larga em 3609-3020  $\text{cm}^{-1}$ , devido a grupos O-H, o que pode ser atribuído aos alongamentos vibratórios complexos associados a grupos hidroxila livres, contribuindo para interações inter e intramoleculares de OH, que é uma característica particular da estrutura de amido (FRANKLIN, et al., 2017; MOO-HUCHIN, et al., 2015). O pico de absorção 2923  $\text{cm}^{-1}$  deve ser atribuído aos alongamentos associados a C-H (ESTRADA-LEON, et al., 2016). Na região conhecida como "impressão digital", os picos característicos de amido podem ser observados às 1146, 1076 e 995  $\text{cm}^{-1}$ , correspondendo às vibrações das ligações C-O-C da glicose e a 840, 751, 695 e 538  $\text{cm}^{-1}$ , atribuído ao anel de piranose (ESTRADA-LEON, et al., 2016). A banda 1600 provavelmente se origina da água ligada presente no amido (CHI, et al., 2007).

### 5.3.10 Análise Termogravimétrica

Os parâmetros termofísicos fornecem informações essenciais sobre a estabilidade térmica de materiais poliméricos. Essas informações são necessárias para possíveis aplicações industriais dos polímeros (LAWAL; LECHNERC; KULICKE, 2008). As curvas TG-DTA da amostra revela que a desidratação, degradação e decomposição térmica ocorreram em três etapas principais de perda de massa (Figura 22). Os vários picos na curva de DTA indicam que ocorre várias reações de degradação às temperaturas de 63 a 356 °C. A primeira etapa de perda de massa teve início a 35 °C e ocorreu em um amplo pico endotérmico centrado a 63,7

°C, esta perda foi associada à desidratação da amostra, apresentando uma perda de massa de 10,8% até 140 °C devido à presença de água adsorvida, seguindo-se um passo de estabilidade (GUIMARÃES, et al., 2010; HORNUNG, et al., 2017).



**Figura 22.** Perfil do amido de feijão mangalô nas curvas de TG (—), DTG (---) e DTA (---).

A segunda etapa de perda de massa, após a estabilidade, corresponde à decomposição da matéria orgânica (67,7%), esta etapa ocorre com vários picos endotérmicos revelados na curva DTA (Figura 22), o que indica a presença de compostos com propriedades térmicas semelhantes, que é característico dos homopolissacarídeos, grupo onde o amido é encontrado (CORDOBA, et al., 2016).

A terceira etapa de decomposição térmica ocorreu no pico de 651 °C, e está relacionada à decomposição e oxidação da matéria orgânica do amido, formando um resíduo final, correspondendo as cinzas e envolveu perda de massa de 11,8%, referente a formação do material inorgânico (JAMIR; SESHAGIRIRAO, 2017). De acordo com Araújo et al. (2006), acima de 600 °C pode-se encontrar o teor de cinzas que corresponde aos sais minerais ou impurezas contidas. Perfis termogravimétricos próximos ao desse estudo foram encontrados com amidos de feijão Branco, Carioca, Fradinho e Preto (FIGUEROA, et al., 2015).

A curva DTA revela cinco picos endotérmicos, o primeiro e último pico foi atribuído a desidratação e decomposição da amostra como mencionando anteriormente. O pico que ocorre em torno da temperatura de 293 °C, pode estar relacionado à degradação dos ácidos graxos. De acordo com Golestaneh, et al. (2018) a estabilidade térmica dos ácidos graxos

varia em função do ácido graxo avaliado, com a decomposição em nano partículas entre 110 e 295 °C.

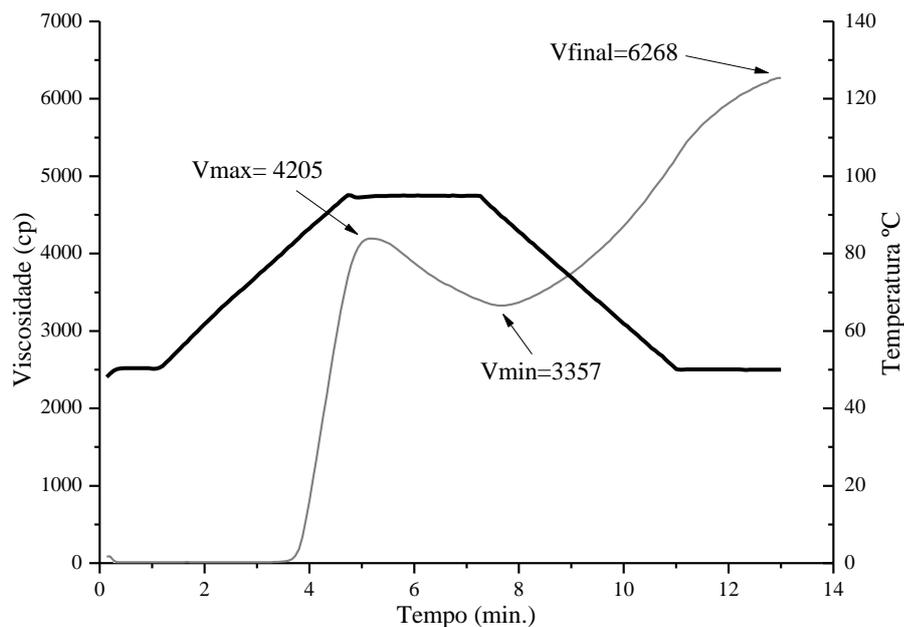
Os picos endotérmicos que ocorrem á temperatura de 324 °C e 356 °C podem ser atribuídos à degradação da amilose e amilopectina, respectivamente. Segundo Stawski (2008), a degradação das frações do amido ocorre em duas temperaturas distintas, a primeira degradação está relacionada à amilose, iniciando a temperatura de aproximadamente de 300 °C, já a amilopectina resiste mais a degradação e sua decomposição é iniciada a cerca de 338 °C. A maior estabilidade térmica da amilopectina em relação à amilose pode esta relacionada à sua estrutura. Segundo Lemos et al. (2017), como a fração de amilopectina tem maior massa molecular devido à grande quantidade de ligações  $\alpha$ -1,6, é necessário uma maior energia de ativação para o processo de decomposição.

O único pico estreito da curva de DTG indica que ocorre uma rápida reação de degradação, ocorrendo a temperatura de 273 °C a 350 °C. A temperatura de decomposição térmica do amido de feijão mangalô foi de 324 °C. Como resultado, o amido de magalô tem boa estabilidade térmica porque não se decompõe a menos de 190 °C (ELMI SHARLINA, et al., 2017).

### **5.3.11 Propriedades da pasta (RVA)**

O aquecimento de uma dispersão amido-água sob cisalhamento acima da sua temperatura de gelatinização produz uma pasta de amido. O perfil de empastamento de um amido é um método eficaz para relacionar a funcionalidade do amido com suas características estruturais e acessar a potencial aplicação industrial em produtos dependentes da viscosidade e do comportamento de espessamento do amido (CRUZ, et al., 2013).

As principais propriedades de empastamento da amostra de amido de feijão mangalô foram dadas na Tabela 8. Para analisar as propriedades de empastamento do amido foram calculados a partir das curvas viscosidade em relação à temperatura e o tempo (Figura 23).



**Figura 23.** Viscoamillografia da pasta do amido de feijão mangalô

O amido do feijão mangalô apresentou uma temperatura da pasta de  $82,0 \pm 0,81$  °C, semelhante à temperatura de início observada para amido de feijão lima (82,5 °C) (BETANCUR-ANCONA, et al., 2003). A temperatura da pasta ou início de gelatinização do amido está relacionada à temperatura mínima necessária para cozinhar o amido (JAN, et al., 2017). A maior temperatura da pasta de amido de feijão mangalô indica sua grande resistência ao inchamento. O parâmetro de empastamento dos amidos é geralmente reconhecido como influenciado pelo teor de amilose, estrutura molecular da amilopectina e peso molecular. (KIM, et al., 2018).

Durante o aquecimento de 50 a 95 °C (por 13 min) a pasta de amido de feijão mangalô apresentou um pico máximo de viscosidade de 4205 cP após 4,6 min de aquecimento; neste pico, a temperatura era de 82 °C. Considerando a temperatura de gelatinização do amido do feijão mangalô, a 95 °C apresentou uma viscosidade mínima de 3357 cP, e subindo para 6268 cP no final do ciclo de resfriamento, a 50 °C. O valor de quebra da pasta de amido de feijão mangalô é alto 848 cP quando comparado ao de amidos de pinha (331,00 cP) e graviola (144,25cP) e graviola, mas é menor que a do amido de feijão azuki (3443 cP) REDDY; LUA; XU, 2017, NWOKOCH,; WILLIAMS, 2009).

O valor de retrogradação foi de 2911 cP, que é considerado alto comparado com amido de milho, mandioca e batata (1308, 551 e 480, respectivamente) (LIU, 2003).

Tabela 8. Propriedades de pasta por RVA do amido de feijão mangalô

<b>Parâmetros</b>	<b>Amido nativo</b>
Pico de viscosidade (cP)	4205 ± 0,18
Viscosidade mínima (cP)	3357 ± 0,13
Quebra de viscosidade (cP)	848 ± 1,42
Viscosidade final (cP)	6268 ± 0,18
Retrogradação (cP)	2911 ± 0,45
Temperatura da pasta (°C)	82,0 ± 0,81

\* Cada valor representa a média e o desvio-padrão de duas determinações

Valores baixos do pico de viscosidade e retrogradação aumentam a estabilidade da pasta em processos mecânicos e reduz a tendência de retrogradação durante o resfriamento, como amidos com alto poder de inchamento e conseqüentemente alta viscosidade, como batata, mandioca e cereais (RONDÁN-SANABRIA; FINARDI-FILHO, 2009).

É sabido que as propriedades de empastamento são influenciadas por numerosos fatores que incluem o conteúdo de amilose, cristalinidade, estrutura da amilose e amilopectina, poder de inchamento, tamanho e forma dos grânulos de amido (REDDY; LUA; XU, 2017).

Os maiores teores de amilose de amidos de feijão fornecem propriedades únicas, tais como resistência ao cisalhamento, maior tendência à retrogradação, menor clareza da pasta, inchaço dos grânulos limitado e alto teor de amido resistente (DEMIATE, et al., 2016).

#### 5.4 CONCLUSÃO

A extração resultou em um rendimento de  $6,13 \pm 0,24$  % e baixo teores de componentes menores como lipídios ( $0,09 \pm 0,00$  %) cinzas ( $0,18 \pm 0,03$  %) e fósforo ( $0,007 \pm 0,003$  %). O amido em estudo demonstrou heterogeneidade no diâmetro das partículas, e apresenta tendência a aglomeração das partículas, não sendo indicado na utilização de emulsões em sua forma nativa. O amido desta leguminosa demonstrou alto teor de amilose ( $45,32 \pm 0,50\%$ ) e foi categorizado como tendo cristais de tipo C. A análise de FTIR revelou a natureza característica de polissacarídeo do amido. A temperatura da pasta foi 82 °C, demonstrando resistência a gelatinização e alta tendência a retrogradação, não sendo indicado para produtos que passem pelo processo de congelamento e descongelamento. O amido nativo possui boa estabilidade térmica, com uma temperatura de decomposição térmica de 356,36 °C. A grande capacidade de absorção em água sugere a incorporação do amido em produtos cozidos e enlatados.

**Agradecimentos**

Os autores agradecem ao Laboratório de Tecnologia do Departamento de Engenharia de Alimentos da Universidade Federal de Feira de Santana (UEFS) e Universidade Federal da Bahia (UFBA) para apoio acadêmico, Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado da Bahia (FAPESB) pelo apoio financeiro. Agradecemos a Universidade Federal de Viçosa (UFV) e a Embrapa Mandioca e Fruticultura pelas análises realizadas. A todos os técnicos laboratoriais, e toda equipe do LABOTEC II por todo suporte dado para realização das análises. Estamos especialmente gratos a Thais Souza Amorim pela contribuição significativa para a realização deste estudo.

## REFERÊNCIAS

- ABEGUNDE, O. K. Physicochemical characterization of sweet potato starches popularly used in Chinese starch industry. **Food Hydrocolloids**, v. 33, n. 2, p. 169-177, 2013.
- AMBIGAIPALAN, P. et al. Structure of faba bean, black bean and pinto bean starches at different levels of granule organization and their physicochemical properties. **Food Research International**, v. 44, n. 9, p. 2962-2974, 2011.
- AOAC - **Association of Official Analytical Chemists**. Official methods of analysis of the Association of the Analytical Chemists. 16th ed. Washington, 1995.
- ARAÚJO, A. A. S. et al. Determinação dos teores de umidade e cinzas de amostras comerciais de guaraná utilizando métodos convencionais e análise térmica. **Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas**, v.42, n. 2, 2006.
- ASHOGBON, A. O; AKINTAYO, E. T Isolation and characterization of starches from two cowpea (*Vigna unguiculata*) cultivars. **International Food Research Journal**, v. 20, n. 6, p. 3093-3100, 2013.
- BASHIR, K; AGGARWAL, M. Physicochemical, thermal and functional properties of gamma irradiated chickpea starch. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 97, p. 426-433, 2017.
- BETANCUR-ANCONA, D. et al. Comparison of the chemical composition and functional properties of *Phaseolus lunatus* prime and tailing starches. **Food Chemistry**, v. 82, p. 217-225, 2003.
- BEUCHAT, L. R. Functional and electrophoretic characteristic of succinylated peanut flour proteins. **Journal Agriculture Chemistry**, v. 25, p.258-260, 1977.
- BRASIL (1987). Decreto no. 12.484. Diário Oficial Diário da União. Estado de São Paulo, 21 de outubro de 1987. Normas técnicas especiais relativas a alimentos e bebidas. São Paulo Paulo: DOU, p. 20.
- CAI, J. et al. Structural and functional properties of C-type starches. **Carbohydrate Polymers**, v. 30, p. 289-300, 2014.
- CHI, H. et al. Synthesis of dodecanyl succinic anhydride (DDSA) corn starch. **Food Research International**, v. 40, n. 2, p. 232-238, 2007.
- CORDOBA, L. P. et al. Effect of enzymatic treatments on thermal, rheological and structural properties of pinhão starch. **Thermochimica Acta**, v. 642, p. 45-51, 2016.
- CRUZ, B. R. et al. Chemical composition and functional properties of native chestnut starch (*Castanea sativa* Mill). **Carbohydrate Polymers**, v. 94, n. 1, p. 594-602, 2013.
- DAUDT, R. M. et al. Determination of properties of pinhão starch: Analysis of its applicability as pharmaceutical excipiente. **Industrial Crops and Products**, v. 52, p. 420-429, 2014.

DEMIATE, I. M. et al. Physicochemical characterization of starches from dry beans cultivated in Brazil, **Food Hydrocolloids**, v. 61, p. 812-820, 2016.

DEMIRKESEN-BICAK, H. et al. Pullulanase treatments to increase resistant starch content of black chickpea (*Cicer arietinum* L.) starch and the effects on starch properties. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 111, p. 505-513, 2018.

DU, S. K. et al. Physicochemical properties and digestibility of common bean (*Phaseolus vulgaris* L.) starches. **Carbohydrate Polymers**, v. 108, p. 200-205, 2014.

ELMI SHARLINA, M. S. et al. Physicochemical Properties of Starch from *Dioscorea pyrifolia* tubers. **Food Chemistry**, v. 220, p. 225-232, 2017.

ELMI SHARLINA, M. S. et al. Physicochemical Properties of Starch from *Dioscorea pyrifolia* tubers. **Food Chemistry**, v. 220, p. 225-232, 2017.

ESTRADA-LEON, R. J. et al. The effect of isolation method on properties of parota (*Enterolobium cyclocarpum*) starch. **Food Hydrocolloids**, v. 57, p. 1-9, 2016.

FAO - Food and agriculture organization of the United Nations statistic division. Disponível em <<http://faostat.fao.org/home/E>>. Acesso em 09 de out. de 2017.

FAO - Food and Agriculture Organization. A tropical forage solution to poor quality ruminant diets: A review of *Lablab purpureus*. Disponível em <<http://www.fao.org>> Acessado em: 29 de janeiro de 2018.

FIGUEROA, A. M. et al. Caracterização das propriedades de pasta e térmicas de amidos de feijão Branco, Carioca, Fradinho e Preto. **Brazilian Journal of Thermal Analysis**, v. 4, n. 3, p. 12-16, 2015.

FISK, C. H; SUBBAROW, Y. The colorimetric determination of phosphorus. **Journal of Biological Chemistry**, v. 66, n. 2, p. 375-400, 1925.

FRANKLIN, M. E. E. et al. Physicochemical, thermal, pasting and microstructural characterization of commercial *Curcuma angustifolia* starch. **Food Hydrocolloids**, v. 67, p. 27-36, 2017.

GOLESTANEH, S. I. et al. Thermal performance of co-electrospun fatty acid nanofiber composites in the presence of nanoparticles. **Applied Energy**, v. 212, p. 552-564, 2018.

GUIMARÃES, J.L. et al. Studies of the processing and characterization of corn starch and its composites with banana and sugarcane fibers from Brazil. **Carbohydrate Polymers**, v. 80, n.1, p. 130-138, 2010.

HE, W; WEI, C. Progress in C-type starches from different plant sources, **Food Hydrocolloids**, v. 73, p. 162-175, 2017.

HORNUNG, P. S. et al. Enhancement of the functional properties of *Dioscoreaceas* native starches: Mixture as a green modification process. **Thermochimica Acta**, v. 649, p. 31-40, 2017.

HUANG, J. et al. Physicochemical properties and amylopectin chain profiles of cowpea, chickpea and yellow pea starches. **Food Chemistry**, v. 101, p. 1338-1345, 2007.

JAMIR, K; SESHAGIRIRAO, K. Isolation, characterization and comparative study of starches from selected Zingiberaceae species, a non-conventional source. **Food Hydrocolloids**, v. 72, p. 247-253, 2017.

JAN, K. N. et al. Structural, thermal and rheological properties of starches isolated from Indian quinoa varieties. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 102, p. 315-322, 2017.

JOSHI, M. et al. Physicochemical and functional characteristics of lentil starch. **Carbohydrate Polymers**, v. 92, p. 1484-1496, 2013.

KAUR, M; SANDHU, K. S; LIM, S. T. Microstructure, physicochemical properties and in vitro digestibility of starches from different Indian lentil (*Lens culinaris*) cultivars. **Carbohydrate Polymers**, v. 79, p. 349-355, 2010.

KIM, Y. Y. et al. Starch characteristics of cowpea and mungbean cultivars grown in Korea. **Food Chemistry**, v. 263, p. 104-111, 2018.

KOH, S. P; LONG, K. Comparison of physical, chemical and functional properties of broken rice and breadfruit starches against cassava starch. **Journal of Tropical Agriculture and Food Science**, v 40, n.2, p. 211-219, 2012.

LACERDA, R. R. et al. Lectin from seeds of a Brazilian lima bean variety (*Phaseolus lunatus* L. var. *cascavel*) presents antioxidant, antitumour and gastroprotective activities. **International Journal of Biological Macromolecules**, v, 95, p. 1072-1081, 2017.

LAWAL, O.S; LECHNERC, M.D; KULICKE, W.M. The synthesis conditions, characterizations and thermal degradation studies of an etherified starch from an unconventional source. **Polymer Degradation and Stability**, v. 93, n. 8, p. 1520-1528, 2008.

LEE, H.L; YOO, B.. Effect of hydroxypropylation on physical and rheological properties of sweet potato starch. **LWT - Food Science and Technology**, v. 44, p. 765-770, 2011.

LEMOS, P. V. F. et al. The important role of crystallinity and amylose ratio in thermal stability of starches. Novembro de 2017. Disponível em <<https://link.springer.com>> Acesso em: 28 de janeiro de 2018.

LI, J. et al. Soluble starch formulated nanocomposite increases water solubility and stability of curcumin. **Food Hydrocolloids**, v. 56, p. 41-49, 2016b.

LI, W. et al. Physicochemical and structural properties of A- and B-starch isolated from normal and waxy wheat: Effects of lipids removal. **Food Hydrocolloids**, v. 60, p. 364-373, 2016a.

LIMA, B. N. B. et al. Estudo do Amido de Farinhas Comerciais Comestíveis. **Polímeros**, v. 22, n. 5, p. 486-490, 2012.

- LIU, C. et al. Structural and functional properties of starches from Chinese chestnuts. **Food Hydrocolloids**, v. 43, p. 568-576, 2015.
- LIU, Q.: Unpublished data. 2003.
- LIU, X. et al. Thermal degradation and stability of starch under different processing conditions. **Starch - Stärke**, v. 65, n. 1-2, p. 48-60, 2013.
- LOVERA, M; PÉREZ, E; LAURENTIN, A. Digestibility of starches isolated from stem and root tubers of arracacha, cassava, cush-cush yam, potato and taro. **Carbohydrate Polymers**, v. 176, p. 50-55, 2017.
- LUCHESE, C. L; SPADA, J. C; TESSARO, I. C. Starch content affects physicochemical properties of corn and cassava starch-based films. **Industrial Crops and Products**, v. 109, p. 619-626, 2017.
- MA, M. et al. Physicochemical properties and in vitro digestibility of legume starches. **Food Hydrocolloids**, v. 63, p. 249-255, 2017.
- MAARAN, S. et al. Composition, structure, morphology and physicochemical properties of lablab bean, navy bean, rice bean, tepary bean and velvet bean starches, **Food Chemistry**, v. 152, p. 491-499, 2014.
- MAHMOOD, K. et al. A review: Interaction of starch/non-starch hydrocolloid blending and the recent food applications. **Food Bioscience**, v.19, p. 110-120, 2017.
- MARTINEZ, C. Y; CUEVAS, F. Evaluación de la calidad culinaria y molinera del arroz. Guía del estudio. Cali: CIAT, 1989. 75 p.
- MENDES, M. L. M; BORA, P. S; RIBEIRO, A. P. L. Propriedades morfológicas e funcionais e outras características da pasta do amido nativo e oxidado da amêndoa do caroço de manga variedade Tommy Atkins. **Revista do Instituto Adolfo Lutz**, v. 71, n. 1, p.76-84, 2012.
- MESQUITA, C. B. et al. Characterization of banana starches obtained from cultivars grown in Brazil. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 89, p. 632-639, 2016.
- MIAO, M; ZHANG, T; JIANG, B. Characterisations of kabuli and desi chickpea starches cultivated in China. **Food Chemistry**, v. 113, n. 4, p. 1025-1032, 2009.
- MOO-HUCHIN, V.M. et al. Determination of some physicochemical and rheological characteristics of starch obtained from *Brosimum alicastrum* swartz seeds. **Food Hydrocolloids**, v. 45, p. 48-54, 2015.
- MOORTHY, S. N. Physicochemical and Functional Properties of Tropical Tuber Starches: A Review. **Starch/Stärke**, v. 54, p. 559-592, 2002.
- MUKURUMBIRA, A. et al. Microstructure, thermal properties and crystallinity of amadumbe starch nanocrystals. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 102, p. 241-247, 2017.

- NAKTHONG, N; WONGSAGONSUP, R; AMORNSAKCH, T. Characteristics and potential utilizations of starch from pineapple stem waste. **Industrial Crops & Products**, v. 105, p. 74-82, 2017
- NOOR, F. et al. Physicochemical properties of flour and extraction of starch from jackfruit seed. **International Journal of Nutrition and Food Sciences**, v. 3, n. 4, p. 347-354, 2014.
- NUNES, L. B; SANTOS, W. J; CRUZ, R. S. Rendimento de Extração e Caracterização Química e Funcional de Féculas de Mandioca da Região do Semi-Árido Baiano. Alimentos e Nutrição - **Brazilian Journal of Food and Nutrition**, v.20, n.1, p. 129-134, 2009.
- NWOKOCHA, L. M; SOETANB, K. O; WILLIAMS, P. A. A study of the properties of starch isolated from three varieties of *Lablab purpureus* seeds. **Carbohydrate Polymers**, v. 79, n. 3, p. 685-693, 2010.
- NWOKOCHA, L. M; WILLIAMS, P. A. New starches: Physicochemical properties of sweetsop (*Annona squamosa*) and soursop (*Annona muricata*) starches. **Carbohydrate Polymers**, v. 78, n. 3, p. 462-468, 2009.
- OLIVEIRA, T. M. et al. Caracterização do amido de grão-de-bico (*Cicer arietinum* L.). **B.CEPPA**, v. 27, n. 1, p. 27-42, 2009.
- OVANDO-MARTÍNEZ, M. et al. Starch characteristics of bean (*Phaseolus vulgaris* L.) grown in different localities. **Carbohydrate Polymers**, v. 85, n. 1, p. 54-64, 2011).
- PARADA, J; AGUILERA, J. M. Effect of native crystalline structure of isolated potato starch on gelatinization behavior and consequently on glycemic response. **Food Research International**, v. 45, n. 1, p. 238-243, 2012.
- POLICEGOUDRA, R.S; ARADHYA S.M. Structure and biochemical properties of starch from an unconventional source—Mango ginger (*Curcuma amada Roxb.*) rhizome. **Food Hydrocolloids**, v. 22, n. 4, p. 513-519, 2008.
- PRZETACZEK-ROŻNOWSKA, I. Physicochemical properties of starches isolated from pumpkin compared with potato and corn starches. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 101, p. 536-542, 2017.
- QIN, Y. et al. Characterization of starch nanoparticles prepared by nanoprecipitation: Influence of amylose content and starch type. **Industrial Crops and Products**, v. 87, p. 182-190, 2016.
- REDDY, C. K; LUAN, F; XU, B. Morphology, crystallinity, pasting, thermal and quality characteristics of starches from adzuki bean (*Vigna angularis* L.) and edible kudzu (*Pueraria thomsonii Benth*). **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 105, Part 1, p. 354-362, 2017.
- RONDÁN-SANABRIA, G. G; FINARDI-FILHO, F. Physical–chemical and functional properties of maca root starch (*Lepidium meyenii* Walpers). **Food Chemistry**, v. 114, n. 2, p. 492-498, 2009.

SALGADO, S. M et al. Caracterização físico-química do grânulo do amido do feijão caupi. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 25, n. 3, p. 525-530, 2005.

SÁNCHEZ, A. S. et al. Waste bio-refineries for the cassava starch industry: New trends and review of alternatives. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 73, p. 1265-1275, 2017.

ŠÁRKA E; DVOŘÁČEK, V. Waxy starch as a perspective raw material (a review). **Food Hydrocolloids**, v. 69, p. 402-409, 2017.

SATHE, S. K; SALUNKHE, D. K. Isolation, partial characterisation and modification of the great Northern Bean (*Phaseolus vulgaris* L.) starch. **Journal of Food Science**, v. 46, p. 617-621, 1981.

SCOCH, T. J; LEACH, H. W. **Determination of absolute density-liquid displacement**. In: WHISTLER, R. L. (Ed). Methods in carbohydrate chemistry. Nova Iorque: Academic Press, 1964, v. 4, p. 101-103.

SHAH, A. et al. Physicochemical, rheological and structural characterization of acetylated oat starches. **LWT - Food Science and Technology**, v. 80, p. 19-26, 2017.

SHUANG-KUI, D. et al. Physicochemical properties and digestibility of common bean (*Phaseolus vulgaris* L.) starches. **Carbohydrate Polymers**, v. 108, p. 200-205, 2014.

SOUZA, P. A. et al. Avaliação físico-química e nutricional de grãos de labe-labe (*Lablab purpureus* (L.) Sweet). **Alimentos e Nutrição**, v. 4, p. 99-109, 1992.

STAWSKI. New determination method of amylose content in potato starch. **Food Chemistry**, v. 110, n. 3, p. 777-781, 2008.

TAN, X. et al. Effect of heat-moisture treatment on multi-scale structures and physicochemical properties of breadfruit starch. **Carbohydrate Polymers**, v. 161, p. 286-294, 2017.

TEIXEIRA, B. S. et al. Comparison of gamma radiation effects on natural corn and potato starches and modified cassava starch. **Radiation Physics and Chemistry**, v.142, p. 44-49, 2018.

TORRES, O. et al. Novel starch based emulsion gels and emulsion microgel particles: Design, structure and rheology. **Carbohydrate Polymers**, v. 178, p. 86-94, 2017.

TORRUCO-UCO, J; BETANCUR-ANCONA, D. Physicochemical and functional properties of makal (*Xanthosoma yucatanensis*) starch. **Food Chemistry**, v. 101, p. 1319-26. 2007.

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

WANI, I. A. et al. Physico-chemical and functional properties of native and hydrolyzed kidney bean (*Phaseolus vulgaris* L.) protein isolates. **Food Research International**, v. 76, n. 1, p. 11-18, 2015.

WEBER, F. H; COLLARES-QUEIROZ, F. P; CHANG, Y. K. Caracterização físico-química, reológica, morfológica e térmica dos amidos de milho normal, ceroso e com alto teor de amilose. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 29, n. 4, p. 748-753, 2009.

ZHU, F. Structures, properties, and applications of lotus starches. **Food Hydrocolloids**, v. 63, p. 332-348, 2017.

ZORTÉA-GUIDOLI, M. E. B. et al. Structural and functional characterization of starches from Brazilian pine seeds (*Araucaria angustifolia*). **Food Hydrocolloids**, v. 63, p. 19-26, 2017.