

AUTORES
AUTHORS

Silene B.S. SARMENTO

Prof^o Dr^o do Departamento de Agroindústria, Alimentos e Nutrição, da Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz" - Universidade de São Paulo
Caixa Postal 9 - CEP 13418-900 - Piracicaba - SP
Fone (019) 4294150 - E.mail: sbssarme@carpa.ciagri.usp.br

Marlon M. REIS

Aluno de pós-graduação, Departamento de Físico-Química, Instituto de Química - Universidade Estadual de Campinas
Campinas - SP - Fone: (019) 7883102

Márcia M.C. FERREIRA

Prof^o Dr^o do Departamento de Físico-Química, Instituto de Química - Universidade Estadual de Campinas
Campinas - SP - Fone: (019) 7883102

Marney Pascoli CEREDA

Pesquisadora do Centro de Raízes Tropicais - Universidade Estadual Paulista - Caixa Postal 237, Botucatu - SP
Fone: (014) 8219050

Marilene V.C. PENTEADO

Prof^o Titular do Departamento de Alimentos e Nutrição Experimental, Faculdade de Ciências Farmacêuticas, Universidade de São Paulo - Caixa Postal 66083
CEP 05389-970 - São Paulo - SP - Fone: (011) 8183656

Carlota B. dos ANJOS

Eng^a Agr^a, Departamento de Agroindústria, Alimentos e Nutrição, Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", Universidade de São Paulo - Caixa Postal 9
CEP 13418-900 - Piracicaba - SP - Fone: (019) 4294150

PALAVRAS-CHAVE
KEY WORDS

Fécula de mandioca; Propriedades; Quimiometria / Cassava starch; PCA; Chemometrics.

RESUMO

A composição e as propriedades físico-químicas e funcionais de féculas extraídas de diversos cultivares de mandioca de uso industrial e em diferentes idades foram avaliadas pela Análise de Componentes Principais. A distribuição espacial dos resultados experimentais obtidos mostra a separação entre cultivares, a influência da idade da planta e a correlação entre as propriedades que caracterizam a fécula. A fécula do cultivar Branca de Santa Catarina se mostrou distinta das demais (Mico, Fibra e IAC 12-829) devido, principalmente, às características estruturais dos grânulos. Com relação à idade, apenas a fécula extraída de plantas que se encontravam em repouso fisiológico, aos 10 meses, apresentou características distintas das demais (16 e 24 meses). Esta separação, entretanto, se manifestou apenas quando um grande número de variáveis foi utilizado para análise. O tempo de cultivo, portanto, não exerceu influência tão acentuada na diferenciação das amostras como os cultivares, o que permite concluir que mais que os fatores fisiológicos ou ambientais desta etapa do desenvolvimento das plantas são os fatores genéticos que interferem nas características das féculas.

SUMMARY

The chemical composition and the physical, physicochemical and functional properties of starch extracted from industrial cassava cultivars at different times after planting were studied using a chemometric method. The exploratory analysis of the original data by the Principal Component Analysis "PCA" showed a separation amongst the cultivars and a correlation between the influence of age and the properties that characterize the starch. The PCA separated the cultivar Branca de Santa Catarina from the others (Mico, Fibra e IAC12-829), the starch granule structure being the main factor for this cultivar having distinct characteristics. Considering the plant age at harvest time, only the starch extracted from plants that were in their 10th month was different from the others (16 and 24 months). This separation was achieved when a large number of variables were involved in the exploratory analysis. The plant age at harvest time did not show a great influence in the differentiation of the cultivars, leading to the conclusion that the genetic characteristics are more important than physiological or environmental factors.

1. INTRODUÇÃO

A mandioca (*Manihot esculenta* C.) é planta bastante cultivada no Brasil, sendo explorada comercialmente para diversos fins, dentre os quais a extração de amido ou fécula. Cultivares foram selecionados como sendo mais apropriados para esta finalidade por apresentar um maior potencial para acúmulo de fécula em suas raízes.

As plantas de mandioca não apresentam uma época definida para colheita, sendo possível o processamento durante o ano todo, comercialmente dos 10 aos 24 meses de idade. Durante esse período, entretanto, as plantas de mandioca apresentam variações fisiológicas no metabolismo com as diferentes estações climáticas. Estas alterações incidem diretamente sobre a produção agrícola e composição das raízes, mas a literatura não esclarece se influenciam também as propriedades funcionais da fécula.

O amido é um biopolímero composto unicamente por glicose, mas que, por apresentar propriedades funcionais variadas, pode ter um extenso número de aplicações industriais, como nos setores de alimentos, papéis, têxteis, farmacêuticos e outros. Este biopolímero deve muito de sua funcionalidade à composição química, resultante de duas frações poliméricas distintas, a amilose e a amilopectina, bem como à organização física dessas macromoléculas na estrutura granular (MOORE *et al.*, 1984, BILIADERIS, 1991). Os grânulos de amido são insolúveis em água fria, entretanto, quando aquecidos em meio aquoso hidratam-se, em consequência da energia do calor presente, que supera as forças de ligação entre os polímeros. Continuando a aplicar calor, a hidratação prossegue e o grânulo se expande muitas vezes o seu volume original conferindo viscosidade à pasta de amido. Caso o aquecimento ou cozimento se prolongue, os grânulos de amido se rompem e desintegram para dar uma dispersão de amilose, amilopectina e fragmentos de grânulos. Com o resfriamento, estas dispersões estabelecem tipos especiais de géis (MOORE *et al.*, 1984).

Os amidos apresentam suscetibilidade à ação enzimática em diferentes graus. De acordo com ROSENTHAL *et al.* (1974) o uso de enzimas pode auxiliar na elucidação da estrutura submicroscópica e arquitetura interna dos grânulos de amido.

O consumo mundial de amido, de acordo com CROGHAN, MASON (1998), vem apresentando uma taxa de crescimento alta por um longo período de tempo. Com o desenvolvimento de métodos mais sofisticados de modificações físicas e bioquímicas, será possível a transformação do amido em outros produtos, dotados de propriedades diferentes e úteis para novas aplicações.

Para se atender às exigências do mercado consumidor e do transformador é necessário caracterizar o amido, o que envolve um grande número de análises e determinações. A análise dos resultados obtidos, o modo como as características avaliadas se correlacionam e a explicação para tais fatos ainda é objeto freqüente de estudos. Técnicas de estatística multivariada têm sido desenvolvidas para manusear matrizes grandes e complexas de dados, entretanto, poucos estudos utilizando-se desta técnica

para avaliar características do amido são encontrados na literatura. Resultados obtidos com espectrofotometria do infravermelho foram analisados por quimiometria, visando a classificação de amidos modificados (BERTRAND, SCOTTER, 1992 e VANDEERSTRAETEN *et al.*, 1998). FREDRIKSSON *et al.* (1998) estudaram a influência das características da amilose e amilopectina sobre as propriedades de gelatinização e retrogradação de diferentes fontes de amido utilizando-se da Análise de Componentes Principais (ACP). De acordo com os autores a técnica facilitou a observação das tendências e das correlações entre os dados. Por outro lado, alguns estudos de caracterização da fécula de mandioca especificamente envolvendo cultivares e idades de planta têm sido encontrados na literatura (MOORTHY, RAMANUJAM, 1986, RICKARD *et al.*, 1991, SARMENTO, 1997), entretanto, não aplicam ACP para avaliar os resultados obtidos.

No presente trabalho, as características da fécula extraída de diversos cultivares de mandioca de uso industrial e colhidos em diferentes estádios fisiológicos da planta foram analisadas por métodos quimiométricos com o objetivo de verificar a existência de características que distingam determinados cultivares ou idades e ainda averiguar como tais propriedades se correlacionam entre si.

2. MATERIAL E MÉTODOS

2.1 Material

Dois lotes de mandioca dos cultivares Branca de Santa Catarina, Mico, Fibra e IAC 12-829, utilizados para fins industriais, foram colhidos aos 10, 16 e 24 meses após o plantio, período em que se procede a colheita destas raízes no Brasil. Essas idades corresponderam, respectivamente, aos períodos de repouso vegetativo das plantas, de pleno desenvolvimento vegetativo e de reinício de atividades vegetativas, apresentando este último ramos em rebrota, após o segundo repouso fisiológico. As féculas desses cultivares e idades foram extraídas e armazenadas para determinações diversas.

2.2 Métodos

2.2.1 Extração da fécula

A extração de fécula das raízes se deu mediante a desintegração das raízes em homogeneizador, seguida de uma série de peneiragens. Na primeira delas o material triturado em água (proporção 1:2) passou por peneira de malha de 250µm. O bagaço resultante foi novamente triturado, passando por esta mesma peneiragem. O leite de fécula obtido passou por peneira de malha 44µm e a seguir por duas etapas de lavagem e decantação, para purificação. À fécula extraída e purificada foi adicionado etanol comercial para uma desidratação parcial. A secagem se deu em estufa com circulação forçada de ar a 38°C, até cerca de 10% de umidade.

2.2.2 Composição química, características dos grânulos e da pasta de fécula

Quanto à composição química foram determinados os teores de umidade das féculas de mandioca pelas Normas Analíticas do INSTITUTO ADOLFO LUTZ (1986) e os teores de amilose pela ISO 6647 (INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, 1987).

Os grânulos de fécula foram avaliados quanto ao tamanho, cristalinidade, densidade, capacidade de ligação com água fria, suscetibilidade à ação enzimática e poder de expansão. Para determinação de tamanho foi utilizado o analisador laser de partículas, da Malvern Instruments (System 2600), que fornece a distribuição de partículas por volume. Os dados são reportados em diâmetros que delimitam distribuição de partículas em 10, 50 e 90% do total e em área superficial específica (RAWLE, 1993). A cristalinidade das amostras foi determinada por difração de raio X em difratômetro Rigaku (RV 200B), operando com radiação cobre, em 50mA, 40 kV e comprimento de onda de 1,5406 Å.

A densidade absoluta dos grânulos foi determinada pelo método de deslocamento do xileno em picnômetro, a 30°C, segundo SCHOCH, LEACH (1964) e a capacidade de ligação dos grânulos com água fria pelo método de MEDCALF, GILLES (1965). A suscetibilidade das féculas à ação enzimática foi avaliada segundo ASAKA *et al.* (1991), utilizando-se a glucoamilase de *Rhizopus spp* (Sigma) e tempos de digestão de 1, 3 e 6 horas a 34°C. Os açúcares formados na hidrólise foram determinados por Somogy-Nelson (SOMOGY, 1945). O poder de expansão e porcentagem de solúveis dos grânulos de fécula foram determinados a 60, 75 e 90°C, segundo a metodologia de SCHOCH (1964).

Na pasta de fécula foram avaliados diversos dados de importância tecnológica extraídos do viscograma Brabender das amostras. A programação para a determinação da viscosidade das amostras foi segundo MAZURS *et al.* (1957), modificada por CEREDA (1983). A suspensão, em tampão acetato (pH 6), foi avaliada na concentração de 6%. Das curvas foram obtidos os valores de temperatura de empastamento, viscosidade máxima, temperatura em que ocorreu a viscosidade máxima e tendência à retrogradação.

2.3 Metodologia de análise de dados

Foi utilizado para este fim métodos quimiométricos de análise exploratória de dados (MELLINGER, 1987). O método escolhido foi a Análise de Componentes Principais ACP (WOLD *et al.*, 1987). Este método de análise de dados permite tanto o estudo de correlações entre muitas variáveis, neste caso as características químicas, físicas, físico-químicas e tecnológicas da fécula, como as correlações entre amostras de diferentes cultivares e colhidas em diferentes etapas fisiológicas. A principal vantagem da ACP é a de proporcionar o estudo multivariado do problema, ou seja, verificar a relação entre amostras e variáveis de forma conjunta. Este fundamenta-se no estudo da distribuição espacial dos dados envolvidos. Desta forma, para representar as amostras em espaço de n variáveis a ACP emprega vetores orientados em função da variação dos dados, as componentes principais (CP), permitindo assim, que a informação seja concentrada em um

pequeno número deles. Na prática, esta análise é efetuada por meio de dois tipos de gráficos, o primeiro de escores e o segundo de "loadings" ou pesos. No primeiro é apresentada a distribuição das amostras nos vetores obtidos para representar os dados. O segundo representa a importância das variáveis para a distribuição apresentada no gráfico de escores. Em resumo, o gráfico de escores permite avaliar semelhanças e correlações entre as amostras e o gráfico de pesos permite justificar a semelhança entre as amostras e ainda verificar semelhanças e correlações entre variáveis.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

As estruturas cristalinas e não-cristalinas do amido e as suas relações são importantes aspectos da funcionalidade deste biopolímero, uma vez que influenciam atributos como textura, aparência, capacidade de se ligar com água e digestibilidade enzimática (BILIADERIS, 1991). Para o estudo da estrutura cristalina do amido, a difração de raio X tem sido um dos instrumentos mais utilizados. No presente trabalho, os difratogramas de raio X das féculas dos quatro cultivares de mandioca apresentaram seis picos principais nos espaços interplanares próximos a 3,3Å (pico 1); 3,8Å (pico 2); 4,9Å (pico 3); 5,2Å (pico 4); 5,9Å (pico 5) e 7,8Å (pico 6). Estes dados, bem como os subseqüentes, foram previamente autoescalados, i. e., centrados na média e divididos pelo desvio-padrão (MELLINGER, 1987) de modo que todas as variáveis tenham uma variância unitária. A análise exploratória por ACP, gráfico da primeira componente principal versus a segunda (Figura 1), mostra uma separação nítida entre a fécula do cultivar Branca de Santa Catarina (BSC) e as dos cultivares Mico (MIC), Fibra (Fib) e IAC (Iac), que não se distinguiram entre si.

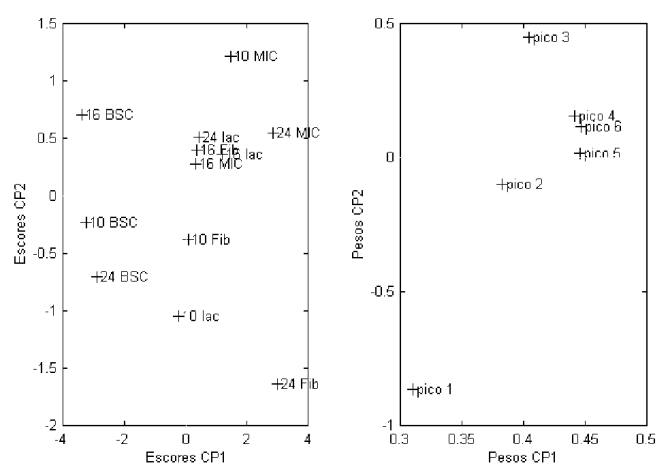


FIGURA 1. Gráficos de escores (esquerda) e pesos (direita), para as duas primeiras componentes principais referentes aos picos de difratogramas de raio X de féculas dos quatro cultivares de mandioca (BSC, Iac, MIC e Fib).

A Tabela 1 contém os valores dos pesos para as duas primeiras componentes principais e a porcentagem de variância total descrita pelas mesmas. Todos os picos têm pesos positivos indicando que estão com maior ou menor grau positivamente correlacionados. Já os escores são positivamente ou negativamente distribuídos devido ao pré-tratamento efetuado nos valores das intensidades.

TABELA 1. Pesos dos picos principais dos difratogramas de raio X e % de variância explicada pelas duas primeiras componentes principais.

	CP1	CP2
Pico 1	0,3105	-0,8667
Pico 2	0,3830	-0,1009
Pico 3	0,4043	0,4486
Pico 4	0,4418	0,1534
Pico 5	0,4458	0,0146
Pico 6	0,4467	0,1168
Variância (%)	77,8	11,2

A importância da intensidade dos picos é visualizada no gráfico de pesos da primeira componente principal versus a segunda (Figura 1), ou seja, no gráfico de escores a separação entre as amostras do cultivar BSC e as outras é mais evidente na primeira componente principal (CP1), isto é, as amostras de BSC estão agrupadas no lado negativo desta componente (escores negativos) e o restante do lado positivo. Desta forma, devem apresentar baixos valores de pesos positivos, o que corresponde a dizer neste caso, que as amostras da BSC apresentam baixos valores para os picos 4, 5 e 6, os mais significativos no gráfico de pesos. O fato das féculas dos demais cultivares se agruparem indica que não se distinguem quanto à cristalinidade, quando avaliada por esta metodologia.

A ACP dos picos de difratogramas de raio X não revelou individualização das féculas extraídas das plantas de mandioca nas diferentes idades estudadas.

Para o estudo da relação entre os cultivares Mico, Fibra e IAC 12-829 na ACP (Figura 2), não foram utilizados os dados da BSC, devido à grande influência destes sobre os dos demais cultivares.

O gráfico de escores (primeira componente principal versus a segunda), após uma rotação aplicada nas componentes principais para a distribuição das informações, mostra que as féculas dos cultivares restantes (Mico, Fibra e IAC 12-829) continuaram sendo indistintas quando se considera a intensidade dos picos do difratograma de Raio X. Entretanto, há uma distinção das féculas extraídas 24 meses após o plantio (Figura 2). Nesta idade os 3 cultivares apresentaram fécula com picos 4, 5, e 6 mais elevados que nas demais idades.

Para melhor elucidar a questão estrutural dos grânulos, foi feita análise dos dados de difração de raio X em conjunto com tamanho, suscetibilidade à ação enzimática e composição (Figura 3). Para isto foram utilizados dados de tamanhos que definem distribuições a 10, 50 e 90% do total de grânulos (representados respectivamente por tam10, tam50 e tam90), suscetibilidade dos grânulos à ação da amiloglucosidase, expressa em produção de açúcares após 1, 3 e 6 horas de digestão (representadas por Pac1, Pac3 e Pac6, respectivamente) e ainda a composição dos grânulos em amilose (amilos).

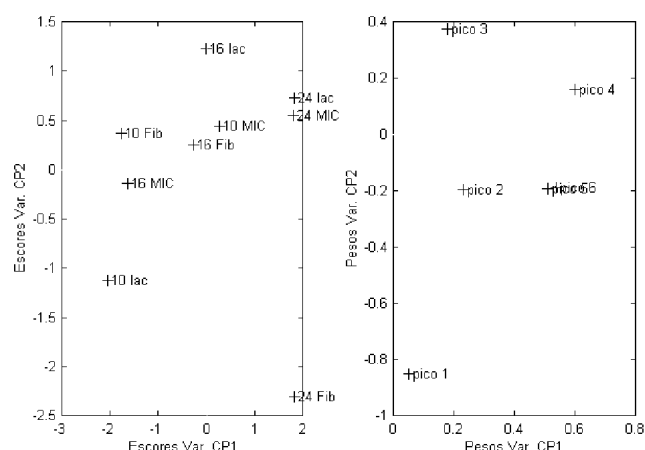


FIGURA 2. Gráficos de escores (esquerda) e pesos (direita), para as duas primeiras componentes principais (41,8% e 19,4%, respectivamente de variância explicada) referentes aos picos de difratogramas de raio X de féculas dos cultivares lac, MIC e Fib.

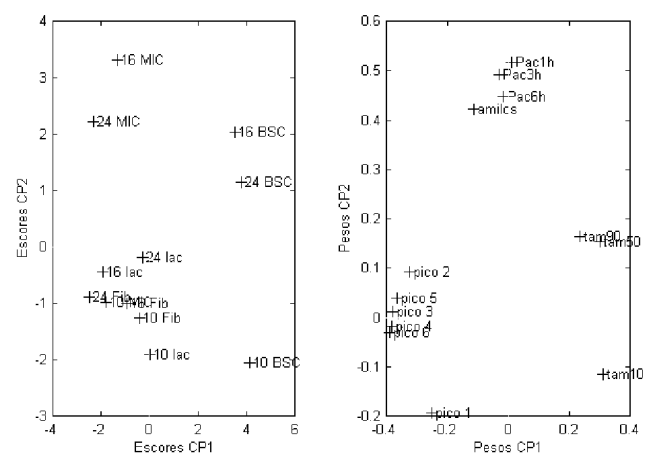


FIGURA 3. Gráficos de escores (esquerda) e pesos (direita), para as duas primeiras componentes principais (45,7% e 23,6%, respectivamente de variância explicada) referentes aos picos de difratogramas de raio X, composição, tamanho e suscetibilidade à ação enzimática dos grânulos de féculas dos quatro cultivares de mandioca.

O resultado obtido com os novos parâmetros analisados confirmou o que a difração de Raio X isoladamente já havia mostrado, ou seja, que a fécula da BSC é distinta daquelas extraídas dos demais cultivares, que não se distinguiram entre si. Ao se usar estes parâmetros como base, entretanto, tem-se que a fécula do cultivar BSC se mostrou diferente por apresentar todos os picos de difração de raio X menos intensos (pela Figura 2 apenas os picos 4, 5 e 6 eram menores). Este fato é indicativo de uma estrutura granular de menor cristalinidade ou a existência de uma maior quantidade de áreas amorfas. Quanto ao tamanho dos grânulos, estes se apresentaram maiores que o das féculas dos demais cultivares. A fécula do cultivar BSC, portanto, se caracterizou por apresentar grânulos maiores e, possivelmente,

menos cristalinos. SAHAI, JACKSON (1996) observaram que grânulos de amido de milho de diferentes tamanhos apresentavam variação em sua estrutura cristalina, sendo os maiores de menor cristalinidade. Já no trabalho de FRANCO, CIACCO (1992) com fécula de mandioca foi encontrada uma correlação positiva entre estas características.

A suscetibilidade à ação da amiloglucosidase e teor de amilose das féculas apresentaram correlação positiva entre si, entretanto, não influenciaram a separação dos cultivares (Figura 3). Nesta análise não se observou correlação entre suscetibilidade à ação enzimática ou teor de amilose e picos de difração de raio X. SAHAI, JACKSON (1996) também não observaram correlação entre suscetibilidade dos grânulos de amido de milho à ação da amiloglucosidase e a fração cristalina dos mesmos.

Ao se acrescentar os parâmetros densidade (densid), capacidade de ligação com água fria (ligagu), poder de expansão dos grânulos a 60, 75 e 90 °C (Pexp60, Pexp75 e Pexp90) e porcentagem de solúveis nestas mesmas temperaturas (Psol60, Pso175 e Pso190) àqueles já previamente analisados e apresentados na Figura 3, uma nova ACP pode introduzir informações antes não evidentes. Os resultados são mostrados na Figura 4. Pelo gráfico de escores, há uma separação nítida entre a fécula da BSC e a dos demais cultivares, que não se distinguiram por estas características.

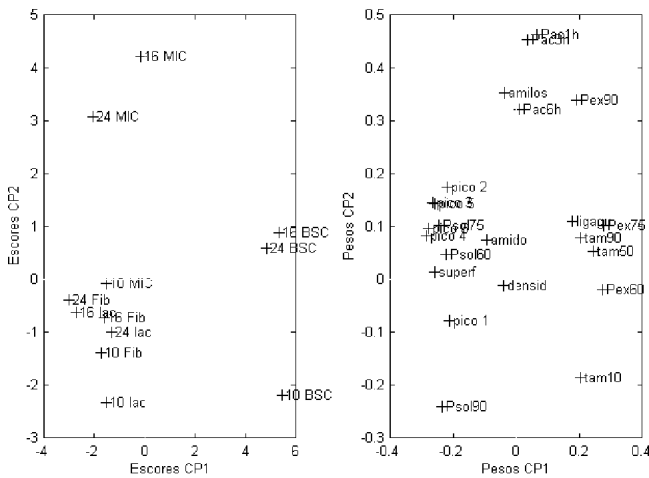


FIGURA 4. Gráficos de escores (esquerda) e pesos (direita), para as duas primeiras componentes principais (45,1% e 16,9%, respectivamente de variância explicada) referentes aos picos de difratogramas de raio X, composição e propriedades físico-químicas de féculas dos quatro cultivares de mandioca.

Os gráficos de escores e pesos da Figura 4 confirmam que a fécula do cultivar BSC se caracteriza por apresentar grânulos de tamanho maior (menor área superficial) e com picos de difração de raio X menos intensos. Além destas características a fécula deste cultivar também se caracterizou por apresentar maior capacidade em se ligar com água fria e maior expansibilidade (poder de expansão a 60, 75 e 90°C). De acordo com WOOTTON, BAMUNUARACHCHI (1978) a capacidade de ligação com água

depende do grau de disponibilidade de sítios para essa ligação (grupos hidroxílicos e átomos de oxigênio interglucose) nos grânulos de amido. Esta disponibilidade é uma função da ultra-estrutura (arranjo molecular, áreas cristalinas e amorfas) e da composição (amilose/ amilopectina) dos amidos. No presente estudo, como não foi detectada correlação entre capacidade de ligação com água e teor de amilose, presume-se que essa maior capacidade de ligação com água esteja mais relacionada com a ultra-estrutura granular, ou seja, com uma menor cristalinidade dos grânulos ou ainda, de acordo com SONI *et al.* (1985), com uma menor associação dos polímeros no grânulo. Estes mesmos fatos podem ter favorecido a expansibilidade dos grânulos de amido. Segundo BARICHELLO (1990) a existência de menor quantidade de regiões cristalinas (ou maior área de amorfas), uma cristalinidade menos estável ou ordenada ou, ainda, um menor teor de amilose levam a uma maior expansibilidade dos grânulos. Como neste trabalho os resultados obtidos para teor de amilose e poder de expansão dos grânulos de fécula também não se correlacionaram, presume-se que a expansão esteja mais associada com a cristalinidade dos mesmos. De acordo com STONE, LORENZ (1984) a força e o caráter da rede micelar no interior do grânulo são os maiores fatores controladores da expansão dos mesmos.

Os resultados da ACP obtidos com um universo maior de características, ou seja, as da Figura 4 (sem a difração por raio X) acrescentadas de algumas propriedades funcionais da fécula, são apresentados na Figura 5. A viscosidade fornece importantes dados de funcionalidade para a determinação do uso do amido. Os pontos de importância obtidos do viscograma Brabender foram temperatura de empastamento (Empast), viscosidade máxima (Vismax), temperatura na viscosidade máxima (Tvismax) e tendência à retrogradação (Tretro).

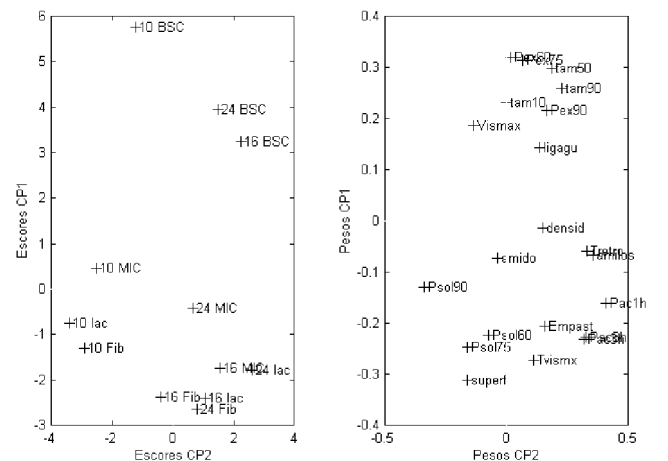


FIGURA 5. Gráficos de escores (esquerda) e pesos (direita), para as duas primeiras componentes principais (37,6% e 20,2% respectivamente, de variância explicada) referentes à composição e características dos grânulos e propriedades funcionais de féculas dos quatro cultivares de mandioca.

A análise exploratória das características das féculas apresentadas na Figura 5 novamente separou a BSC dos demais cultivares. A seleção da fécula deste cultivar se fez pelas mesmas características que a separaram na Figura anterior, acrescentando-se a estas as propriedades viscosográficas de temperatura de início de empastamento, temperatura de viscosidade máxima e viscosidade máxima obtida. As temperaturas de início de empastamento e para atingir a viscosidade máxima foram menores para a fécula deste cultivar, que apresentou ainda os maiores picos de viscosidade máxima da pasta. Tais fatos sugerem que os grânulos do cultivar BSC apresentam uma organização interna mais frágil, que proporciona uma expansão mais livre, o que levou a obtenção de pasta a uma temperatura menor e com maior viscosidade.

O teor de amilose, densidade, suscetibilidade à ação enzimática e tendência à retrogradação não constituíram variáveis caracterizadoras de cultivares (Figura 5). A retrogradação das pastas de fécula apresentou correlação com o teor de amilose dos grânulos. Tal correlação é explicada pelo fato das cadeias lineares de amilose apresentarem tendência ao alinhamento formando micelas (SWINKELS, 1985).

A idade das plantas pode influir nas propriedades das féculas (Figura 5). A fécula extraída das raízes de plantas com 10 meses, período de repouso do vegetal, se distinguiu daquelas extraídas de raízes de plantas com 16 e 24 meses. A separação ocorreu porque a fécula extraída aos 10 meses proporcionou grânulos com uma maior porcentagem de solúveis, sugerindo a existência de forças de ligação mais fracas no interior dos mesmos, o que permite uma maior lixiviação de solutos. Esse fato também explicaria a presença de picos de viscosidade máxima mais elevados nesta idade. Além disso, apresentaram grânulos com maior área superficial, o que vale dizer de menor tamanho, e com menores percentuais de amilose. Correlação semelhante entre tamanho de grânulos e teor de amilose nos mesmos foi encontrada por FRANCO, CIACCO (1992) tanto para fécula de mandioca como para amido de milho. Por sua vez, um menor teor de amilose poderia explicar a menor tendência à retrogradação dos grânulos extraídos das raízes destas plantas com 10 meses. Foi também observada uma menor produção de açúcares pela digestão enzimática (1, 3 e 6 horas), ou seja, uma maior resistência dos grânulos à hidrólise. As diferenças na suscetibilidade dos grânulos à ação enzimática, de acordo com BARICHELLO *et al.* (1990), podem estar relacionadas com variados graus de cristalinidade, diferentes taxas de amilose/amilopectina ou grau de polimerização dos componentes dos grânulos. No presente trabalho, ao se considerar as Figuras anteriores, não se observa distinção de idade ao se analisar os picos de difração de raio X (relação com cristalinidade), entretanto, pela Figura 5, a menor produção de açúcares após a digestão enzimática pode estar associada com o menor teor de amilose observado.

As féculas extraídas de plantas nas idades de 16 e 24 meses não mostraram, dentro das variáveis estudadas, distinção entre si, mesmo ocorrendo em diferentes etapas do desenvolvimento fisiológico do vegetal.

4. CONCLUSÕES

As condições do estudo e análise utilizada permitiram concluir que:

- A fécula do cultivar BSC se distinguiu das demais pela Análise de Componentes Principais.

- As féculas dos cultivares Mico, Fibra e IAC 12-829 não apresentaram características que as tornam distintas entre si.

- A fécula do cultivar BSC diferiu da fécula dos demais cultivares com relação à estrutura granular, tanto ao se estudar este parâmetro pela difração de raio X isoladamente quanto ao se considerar outras características relacionadas ao mesmo como tamanho e suscetibilidade à ação enzimática, em conjunto com a difração de raio X ou não. A análise não revelou influência do teor de amilose, mas sim da estrutura dos grânulos, em função do arranjo desses polímeros. A estrutura, por sua vez, influenciou as características da pasta de fécula.

- As féculas extraídas aos 10 meses de idade se diferenciaram das demais quando se utilizou um maior número de características dos grânulos e pastas de féculas. As características que influenciaram a separação foram a maior porcentagem de solúveis, maior área superficial (menor tamanho), maior resistência à ação enzimática, menores teores de amilose dos grânulos de fécula. As pastas de féculas extraídas aos 10 meses caracterizaram-se também por apresentar maiores picos de viscosidade máxima e menores tendências à retrogradação.

- A diferenciação entre as amostras parece decorrer menos de fatores fisiológicos ou ambientais desta etapa do desenvolvimento das plantas e mais de características genéticas.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- BARICHELLO, V., YADA, R.Y., COFFIN, R.H., STANLEY, D.W. Low temperature sweetening in susceptible and resistant potatoes: starch structure and composition. **Journal of Food Science**, **55**(4):1054-1059, 1990.
- BERTRAND, D., SCOTTER, C.N.G. Application of multivariate analysis to NIR spectra of gelatinized starch. **Applied Spectroscopy**, **46**(9):1420-1425, 1992.
- BILIADERIS, G.G. The structure and interactions of starch with food. **Canadian Journal of Physiology and Pharmacology**, **69**:60-78, 1991.
- CEREDA, M.P. Determinação de viscosidade de amido fermentado de mandioca (polvilho azedo). **Boletim da Sociedade Brasileira de Ciência e Tecnologia de Alimentos**, **17**(1):15-24, 1983.
- CROGHAN, M., MASON, W. 100 years of food starch innovation. **Food Science and Technology Today**, **12**(1):17-24, 1998.
- FRANCO, C.M.L., CIACCO, C.F. Factors that affect the enzymatic degradation of natural starch granules- effect of the size of the granules. **Starch/Stärke**, **44**(1):422-426, 1992.
- FREDRIKSSON, H., SILVERIO, J., ANDERSSON, R., ELIASSON, A.C., AMAN, P. The influence of amylose and amylopectin characteristics on gelatinization and retrogradation properties of different starches. **Carbohydrate Polymers**, **35**(3/4):119-134, 1998.

- INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz**. 3.ed. São Paulo, 1986. v.1. 533p.
- INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **Norme internationale: Riz-détermination de la teneur en amylose**. s.l., 1987. 5p. (ISO 6647).
- MAZURS, E.G., SCHOCH, T.J., KITE, F.E. Graphical analysis of the Brabender viscosity curves of various starches. **Cereal Chemistry**, **34**(3):141-152, 1957.
- MEDCALF, D.G., GILLES, K.A. Wheat starches- I - Comparison of physico chemical properties. **Cereal Chemistry**, **42**:558-563, 1965.
- MELLINGER, M. Multivariate data analysis: its methods. **Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems**, **2**(1-3):29-36, 1987.
- MOORE, C.O., TUSCHHOFF, J.V., HASTINGS, C.W., SCHANEFELT, R.V. Applications of starches in foods. In: WHISTLER, R.L., BeMILLER, J.N., PASCHALL, E.F. (ed.). **Starch: chemistry and technology**. New York, Academic Press, 1984. p. 575-591.
- MOORTHY, S.N., RAMANUJAM, T. Variation in properties of starch cassava varieties in relation to age of the crop. **Starch/Stärke**, **38**(2):58-61, 1986.
- RAWLE, A. **Basic principles of particle size analysis**. Malvern: Malvern Instruments Ltd., 1993. 4p. (Malvern Special Publication).
- RICKARD, J.E., ASAOKA, M., BLANSHARD, J.M.V. The physicochemical properties of cassava starch. **Tropical Science**, **31**:189-207, 1991.
- ROSENTHAL, F.R.T., NAKAMURA, T, SPÍNDOLA, A.M.C., JOCHIMEK, M.R. Structure of starch granules. Part 3. Some considerations on Leguminosae and Tuberosae. **Starch/ Stärke**, **26**(2):50-56, 1974.
- SAHAI, D., JACKSON, D.S. Structural and chemical properties of native corn starch granules. **Starch/ Stärke**, **48**(7/ 8):249-255, 1996.
- SARMENTO, S. **Caracterização da fécula de mandioca (Manihot esculenta C.) no período de colheita de cultivares de uso industrial**. São Paulo, 1997. 162p. (Doutorado. Faculdade de Ciências Farmacêuticas, Universidade de São Paulo).
- SCHOCH, T.J. Swelling power and solubility of granular starches. In: WHISTLER, R.L. ed. **Methods in carbohydrate chemistry**. New York: Academic Press, 1964. v.4. p.106-108.
- SCHOCH, T.J., LEACH, H.W. Determination of absolute density-liquid displacement. In: WHISTLER, R.L. ed. **Methods in carbohydrate chemistry**. New York: Academic Press, 1964. v.4. p.101-103.
- SOMOGY, M. A new reagent for the determination of sugars. **The Journal of Biological Chemistry**, **160**(1):61-68, 1945.
- SONI, P.L., SHARMA, H.W., DOBHAL, N.P., BISEN, S.S., SRIVIVASTAVA, H.C., GHARIA, M.M. The starches of *Dioscorea ballophylla* and *Amorphophallus campanulatus*. **Starch/Stärke**, **37**(1):6-9, 1985.
- STONE, L.A., LORENZ, K. The starch of Amaranthus - physicochemical properties and functional characteristics. **Starch/Stärke**, **36**(7):232- 237, 1984.
- VANDERSTRAETEN, F., WOJCIECHOWSKI, C., DUPUY, N., HUVENNE, J.P. Recogniton of starch origin and modifications by chemometrics spectral data processing. **Analisis**, **26**(8):M57-M62, 1998.
- WOLD, S., ESBENSEN, K., GELADI, P. Principal component analysis. **Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems**, **2**(1-3):37-52, 1987.
- WOOTTON, M., BAMUNUARACHCHI, A. Water binding capacity of comercial produced native and modified starches. **Starch/Stärke**, **30**(9):306-309, 1978.