

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E DE PÓS-GRADUAÇÃO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO *Stricto Sensu*
MESTRADO EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE ALIMENTOS

DANIELE IENSEN DE OLIVEIRA

**POLVILHO AZEDO TRADICIONAL OBTIDO COM ALTERAÇÃO NA ETAPA DE
SECAGEM SOLAR**

PONTA GROSSA

2019

DANIELE IENSEN DE OLIVEIRA

**POLVILHO AZEDO TRADICIONAL OBTIDO COM ALTERAÇÃO NA ETAPA DE
SECAGEM SOLAR**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos da Universidade Estadual de Ponta Grossa, como requisito para a obtenção do título de Mestre em Ciência e Tecnologia de Alimentos.

Orientador: Prof. Dr. Ivo Mottin Demiate

PONTA GROSSA

2019

O48 Oliveira, Daniele Iansen de
Polvilho azedo tradicional obtido com alteração na etapa de secagem solar / Daniele Iansen de Oliveira. . Ponta Grossa, 2019.
128 f.

Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos - Área de Concentração: Ciências e Tecnologia de Alimentos), Universidade Estadual de Ponta Grossa.

Orientador: Prof. Dr. Ivo Mottin Demiate.

1. Manihot esculenta Crantz. 2. Amido de mandioca. 3. Fermentação natural. 4. Propriedade de expansão. 5. Biscoito de polvilho. I. Demiate, Ivo Mottin. II. Universidade Estadual de Ponta Grossa. Ciências e Tecnologia de Alimentos. III.T.

CDD: 664

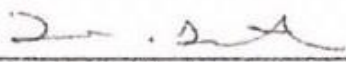
TERMO DE APROVAÇÃO

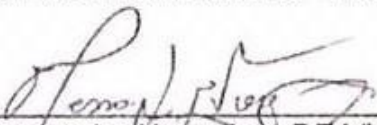
DANIELE IENSEN DE OLIVEIRA

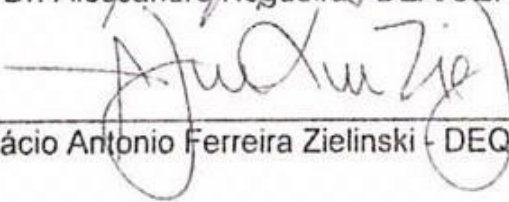
Polvilho azedo tradicional obtido com alteração na etapa de secagem solar

Dissertação aprovada como requisito para obtenção do grau de Mestre no Curso de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, da Universidade Estadual de Ponta Grossa, pela seguinte banca examinadora:

Orientador:


Prof. Dr. Ivo Mottin Demiate - DEA/UEPG - PR


Prof. Dr. Alessandro Nogueira - DEA/UEPG - PR


Prof. Dr. Acácio Antonio Ferreira Zielinski - DEQA/UFSC - SC

Ponta Grossa, 01 de março de 2019.

AGRADECIMENTOS

À Deus, primeiramente, por me iluminar e guiar todos os dias.

Ao meu marido, Fernando de Oliveira, por me apoiar e estar sempre pronto a me ajudar. Essa conquista também é sua.

Aos meus pais, Josmar e Silmara Iensen, por terem me incentivado desde pequena a sempre querer aprender mais. Sem vocês, essa conquista não seria possível. E a toda minha família por estarem sempre ao meu lado.

Ao meu orientador Prof. Dr. Ivo Mottin Demiate, pela confiança e por todo o conhecimento repassado.

Ao Prof. Dr. Luiz Américo Alves Pereira (Departamento de Física) e Prof. Dr. Ariangelo Hauer Dias (Departamento de Informática) pelo desenvolvimento e programação do sistema com sensores.

À Letícia Demogalski, pela elaboração e desenvolvimento do secador solar, e ao João, da Marcenaria UEPG, por fornecer o material e ajudar na montagem do secador solar.

À professora Aline Alberti, pelo auxílio na análise de HPLC.

Ao Paulo Ricardo Los, pela parceria na realização da análise sensorial.

Aos amigos e colegas de laboratório, pelo companheirismo e amizade que construímos nestes dois anos de mestrado. E aos funcionários do CTA, pela amizade e auxílio nas análises.

À Empresa Nutriamidos pelo fornecimento da matéria-prima utilizada neste trabalho.

Ao programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos da Universidade Estadual de Ponta Grossa pela oportunidade e estrutura fornecida. Ao C-labmu, pela realização de diversas análises. À CAPES pelo suporte financeiro.

À todos que de alguma forma contribuíram para a execução deste trabalho.

Muito obrigada!

“Talvez não tenha conseguido fazer o melhor,
mas lutei para que o melhor fosse feito. Não
sou o que deveria ser, mas graças a Deus, não
sou o que era antes”.

(Martin Luther King)

RESUMO

O polvilho azedo é um produto derivado da mandioca e, após passar pelos processos de fermentação natural e secagem solar, adquire uma propriedade de expansão diferenciada, que permite sua utilização em produtos panificados expandidos. O processo de secagem solar é realizado ao ar livre, sem proteção, podendo ocorrer contaminação por sujidades presentes no ar e insetos. Dessa forma, o objetivo deste trabalho foi obter polvilho azedo de alta qualidade em processo controlado, incluindo o uso de um secador solar de baixo custo, que aproveita além da energia térmica, a radiação ultravioleta, e que previne contaminações e mantém as características originais do produto. Os polvilhos azedos foram obtidos a partir do amido de mandioca nativo, variando-se o tipo de secagem. As amostras foram avaliadas quanto à composição química, qualidade microbiológica e presença de contaminantes físicos. Também foram avaliadas a expansão ao forno, propriedades térmicas, de pasta, estruturais e tecnológicas. Além disso, foram elaborados biscoitos de polvilho e comparados sensorialmente com aqueles produzidos com polvilhos de marcas comerciais. A utilização do secador solar na secagem do polvilho azedo proporcionou uma secagem mais rápida e menor umidade final (9,9 e 9,7 %) em relação ao controle (11,6 e 11,5 %). Os volumes específicos obtidos para as amostras secas ao sol e no secador solar variaram de 4,2 a 4,9 mL g⁻¹, comprovando que o secador solar obteve produtos com a mesma capacidade de expansão que o controle (4,6 mL g⁻¹). Esses valores são considerados de pequena expansão, podendo estar relacionados à ausência de ácido láctico nas amostras. O secador solar minimizou as contaminações, sendo encontrados fragmentos de insetos e matéria areno-terrosa, as quais podem ser evitadas utilizando-se telas de proteção e realizando a secagem em locais sem fluxo de veículos. Todas as amostras apresentaram alto teor de carboidratos totais (99,6 %). O pH do amido nativo foi 4,90, enquanto dos fermentados de 4,52 a 4,63, devido ao aumento da acidez durante a fermentação. Os grânulos dos amidos fermentados apresentaram leves erosões em sua superfície, possivelmente devido à ação de enzimas amilolíticas. Não foram encontradas diferenças significativas ($p > 0,05$) entre as amostras em relação à cor, teor de amilose, sinérese, solubilidade, poder de intumescimento, teor de carbonilas e carboxilas e propriedades estruturais. A oxidação resultou em pastas mais transparentes para os amidos fermentados em relação ao nativo. A coloração diferencial indicou menor presença dos grupamentos carboxila no amido nativo, com exceção de uma amostra seca no secador solar. A análise de difração de raios X apresentou o padrão tipo A. A análise térmica resultou em maiores valores de temperaturas e variação de entalpia para os polvilhos azedos. A propriedade de pasta apresentou uma redução no pico de viscosidade em pH neutro. O biscoito de polvilho elaborado com polvilho azedo obtido pela secagem no secador solar, apesar de apresentar a menor expansão em relação aos demais biscoitos elaborados com polvilhos azedos comerciais, obteve características sensoriais desejáveis.

Palavras-chave: *Manihot esculenta* Crantz. Amido de mandioca. Fermentação natural. Propriedade de expansão. Biscoito de polvilho.

ABSTRACT

The sour cassava starch is a product derived from cassava and, after going through the processes of natural fermentation and solar drying, acquires a property of differentiated expansion, that allows its use in expanded baked products. The process of solar drying is carried out in the open areas, without protection, and contamination by dirtiness and insects from environment can occur. Thus, the aim of this work was to obtain sour cassava starch of high quality in a controlled process, including the use of a low cost solar dryer that takes advantage of thermal energy, ultraviolet radiation, and prevents contamination and maintains the original characteristics of the product. The sour cassava starches were obtained from the native cassava starch, varying the type of drying. The samples were evaluated by chemical, microbiological and microscopic composition, as well as presence of physical contaminants. Expansion, thermal, pasting, structural, and technological properties were also evaluated. In addition, cassava starch biscuits were prepared and sensorially compared with commercial samples. The use of the solar dryer in the drying of the sour cassava starch has provided a faster drying and lower moisture (9.9 and 9.7%) than the control (11.6 and 11.5%). The specific volumes obtained for the samples dried in the sun and in the solar dryer ranged from 4.2 to 4.9 mL g⁻¹, showing that the solar dryer obtained products with the same expansion capacity as the control (4.6 mL g⁻¹). These values are considered of small expansion and can be explained by the absence of lactic acid in the samples. The solar dryer minimized the contamination, being found insect fragments and sand-earth material, which can be avoided using protection screens and drying process in places without transit of vehicles. All the samples have presented high total carbohydrate content (99.6%). The pH of the native starch was 4.90, whereas fermented starch from 4.52 to 4.63, due to the action of lactic acid bacteria during fermentation. The granules of the fermented starches have presented slight erosions on their surface, probably due to the action of amylolytic enzymes. No significant differences ($p > 0.05$) were found between the samples in terms of color, amylose content, syneresis, solubility, swelling power, carbonyl and carboxyl content and structural properties. The oxidation resulted in more transparent pastes for the fermented starches than native starch. Differential dyeing has suggested a lower presence of carboxyl groups in the native starch, with the exception of a dry sample in the solar dryer. X-ray diffraction analysis has showed the A-type pattern. Thermal analysis resulted in higher temperature values and enthalpy change for sour cassava starch. The pasting properties have showed a reduction in the viscosity peak at neutral pH. The cassava starch biscuit made with sour cassava starch obtained by drying in the solar dryer, although presenting the smallest expansion in relation to the other biscuits produced with commercial grade sour cassava starch, presented desirable sensory characteristics.

Keywords: *Manihot esculenta* Crantz. Cassava starch. Natural fermentation. Expansion property. Cassava starch biscuit.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 –	Estrutura molecular da amilose.....	22
Figura 2 –	Estrutura molecular da amilopectina.....	22
Figura 3 –	Perfil típico de RVA para amido de arroz.....	26
Figura 4 –	Ilustração esquemática das temperaturas de transição em uma curva DSC.....	27
Figura 5 –	Fluxograma do processamento de polvilho azedo.....	29
Figura 6 –	Secagem ao sol do polvilho azedo.....	33
Figura 7 –	Fermentação natural do polvilho azedo realizada em propriedades rurais.....	34
Figura 8 –	Modelo do secador solar para polvilho azedo.....	38
Figura 9 –	Sistema de sensores.....	39
Figura 10 –	Fermentador utilizado nas fermentações naturais.....	40
Figura 11 –	Transmitância de materiais na região ultravioleta.....	57
Figura 12 –	Variação da acidez e do pH em função do tempo da fermentação 1.....	59
Figura 13 –	Variação da acidez e do pH em função do tempo da fermentação 2.....	60
Figura 14 –	Perda de umidade em função do tempo da secagem 1.....	61
Figura 15 –	Porcentagem de perda de massa em função do tempo da secagem 2.....	62
Figura 16 –	Material areno-terroso.....	68
Figura 17 –	Imagens da microscopia eletrônica de varredura (3500x) das amostras amiláceas.....	71
Figura 18 –	Cromatograma dos ácidos orgânicos na amostra PS2.....	74
Figura 19 –	Coloração das amostras em relação à propriedade de expansão.....	80
Figura 20 –	Sinérese dos produtos amiláceos.....	84
Figura 21 –	Solubilidade dos produtos amiláceos.....	86

Figura 22 –	Poder de intumescimento dos produtos amiláceos.....	88
Figura 23 –	Curvas RVA para o amido de mandioca nativo (AM) com os solventes água, solução tampão acetato pH 4,0 e 6,0.....	90
Figura 24 –	Curvas RVA para o polvilho azedo seco em estufa, obtido pela Fermentação 1 (PE1), com os solventes água, solução tampão acetato pH 4,0 e 6,0.....	90
Figura 25 –	Curvas RVA para o polvilho azedo seco em estufa, obtido pela Fermentação 2 (PE2), com os solventes água, solução tampão acetato pH 4,0 e 6,0.....	91
Figura 26 –	Curvas RVA para o polvilho azedo seco no secador solar, obtido pela Fermentação 1 (PS1), com os solventes água, solução tampão acetato pH 4,0 e 6,0.....	91
Figura 27 –	Curvas RVA para o polvilho azedo seco no secador solar, obtido pela Fermentação 2 (PS2), com os solventes água, solução tampão acetato pH 4,0 e 6,0.....	92
Figura 28 –	Curvas RVA para o polvilho azedo seco ao sol sem proteção, obtido pela Fermentação 1 (PP1), com os solventes água, solução tampão acetato pH 4,0 e 6,0.....	92
Figura 29 –	Curvas RVA para o polvilho azedo seco ao sol sem proteção, obtido pela Fermentação 2 (PP2), com os solventes água, solução tampão acetato pH 4,0 e 6,0.....	93
Figura 30 –	Curvas DSC das amostras amiláceas.....	96
Figura 31 –	Espectro infravermelho das amostras amiláceas na faixa espectral de 400 a 4000 cm ⁻¹	100
Figura 32 –	Padrões de difração de Raios X e os números entre parênteses são as porcentagens de cristalinidade relativa das amostras amiláceas.....	105
Figura 33 –	Configuração de consenso das amostras na ADO gerada pela GPA.....	108

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Composição centesimal de raízes de mandioca.....	20
Tabela 2 – Limites microbiológicos estabelecidos para amidos.....	28
Tabela 3 – Composição química e volume específico do polvilho azedo.....	29
Tabela 4 – Quantidades de insumos das fermentações.....	41
Tabela 5 – Parâmetros cromatográficos dos ácidos orgânicos analisados por CLAE.....	46
Tabela 6 – Ingredientes utilizados na formulação dos biscoitos de polvilho.....	53
Tabela 7 – Extremos das escalas de cada atributo.....	55
Tabela 8 – Variação da umidade durante os períodos de secagem.....	62
Tabela 9 – Parâmetros medidos durante os períodos de secagem.....	63
Tabela 10 – Análises químicas dos produtos amiláceos.....	64
Tabela 11 – Coliformes a 45 °C.....	67
Tabela 12 – Sujidades encontradas nas amostras.....	68
Tabela 13 – Tamanho dos grânulos de amido.....	72
Tabela 14 – Concentração de ácidos orgânicos, % do total de ácidos e acidez total titulável dos produtos amiláceos.....	73
Tabela 15 – Volume específico dos biscoitos.....	76
Tabela 16 – Cor dos biscoitos obtidos na análise de expansão.....	79
Tabela 17 – Cor das matérias-primas utilizadas nos biscoitos.....	79
Tabela 18 – Concentração de amilose nos produtos amiláceos.....	82
Tabela 19 – Propriedades viscoamilográficas dos produtos amiláceos, obtidas a partir das curvas RVA.....	94
Tabela 20 – Propriedade térmica dos produtos amiláceos.....	97
Tabela 21 – Transmitância a 650 nm dos produtos amiláceos.....	99
Tabela 22 – Concentração de carboxilas e carbonilas nos produtos amiláceos.....	101
Tabela 23 – Coloração diferencial dos produtos amiláceos.....	103
Tabela 24 – Somatória dos valores de ordenação para a equipe por atributos.....	108

LISTA DE SIGLAS

ADO	Análise Descritiva por Ordenação
AM	Amido de mandioca nativo
BAL	Bactérias lácticas
BPC1	Biscoito de polvilho elaborado com polvilho azedo comercial (marca 1)
BPC2	Biscoito de polvilho elaborado com polvilho azedo comercial (marca 2)
BPC3	Biscoito de polvilho elaborado com polvilho azedo comercial (marca 3)
BPC4	Biscoito de polvilho elaborado com polvilho azedo comercial (marca 4)
BPS1	Biscoito de polvilho elaborado com polvilho azedo seco no secador solar (fermentação 1)
CLAE	Cromatografia líquida de alta eficiência
DSC	Calorimetria exploratória diferencial
FTIR	Espectroscopia na região do infravermelho médio
GPA	Análise Procrustes Generalizada
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
PCA	Análise de Componentes Principais
PC1	Polvilho azedo comercial (marca 1)
PC2	Polvilho azedo comercial (marca 2)
PC3	Polvilho azedo comercial (marca 3)
PE1	Amido fermentado e seco em estufa (fermentação 1)
PE2	Amido fermentado e seco em estufa (fermentação 2)
PP1	Amido fermentado e seco ao sol sem proteção (fermentação 1)
PP2	Amido fermentado e seco ao sol sem proteção (fermentação 2)
PS1	Amido fermentado e seco no secador solar (fermentação 1)

PS2	Amido fermentado e seco no secador solar (fermentação 2)
RVA	Analizador Rápido de Viscosidade
UV	Radiação Ultravioleta
UVA	Radiação Ultravioleta com comprimento de onda de 320 a 400 nm
UVB	Radiação Ultravioleta com comprimento de onda de 280 a 320 nm
UVC	Radiação Ultravioleta com comprimento de onda de 100 a 280 nm

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	15
2 OBJETIVOS.....	17
2.1 OBJETIVO GERAL.....	17
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	17
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	19
3.1 MANDIOCA.....	19
3.2 AMIDO.....	20
3.2.1 Composição química.....	21
3.2.2 Estrutura do grânulo de amido.....	23
3.2.3 Propriedades tecnológicas do amido.....	24
3.2.4 Amido de mandioca.....	27
3.3 POLVILHO AZEDO.....	28
3.3.1 Fermentação natural.....	30
3.3.2 Secagem solar.....	31
3.3.3 Propriedade de expansão.....	34
4 MATERIAIS E MÉTODOS.....	36
4.1 MATERIAIS.....	36
4.2 MÉTODOS.....	36
4.2.1 Análise de transmitância dos materiais para cobertura do secador solar.....	36
4.2.2 Desenvolvimento do secador solar.....	37
4.2.3 Desenvolvimento do sistema com sensores.....	38
4.2.4 Fermentação natural.....	40
4.2.5 Secagem solar.....	41
4.2.6 Avaliação da composição química.....	42
4.2.7 Análises microbiológicas.....	43
4.2.7.1 Contagem de bactérias lácticas (BAL)	43
4.2.7.2 Coliformes a 45 °C.....	43

4.2.8 Análises microscópicas.....	43
4.2.8.1 Pesquisa da presença de sujidades.....	43
4.2.8.2 Morfologia dos grânulos de amido.....	44
4.2.9 Perfil de ácidos orgânicos e acidez total titulável.....	45
4.2.10 Caracterização das propriedades tecnológicas, térmicas e estruturais.....	46
4.2.10.1 Propriedade de expansão.....	46
4.2.10.2 Cor.....	47
4.2.10.3 Sinérese de pastas de amido após ciclos de congelamento-descongelamento.....	47
4.2.10.4 Solubilidade e poder de intumescimento.....	48
4.2.10.5 Propriedades de pasta.....	48
4.2.10.6 Propriedades térmicas de gelatinização.....	48
4.2.10.7 Teor de amilose.....	49
4.2.10.8 Claridade da pasta.....	49
4.2.10.9 Espectroscopia na região de infravermelho médio (FTIR).....	49
4.2.10.10 Determinação da concentração de carboxilas.....	50
4.2.10.11 Determinação da concentração de carbonilas.....	51
4.2.10.12 Coloração diferencial.....	52
4.2.10.13 Difração de raios X.....	52
4.2.11 Análise Sensorial.....	53
4.2.12 Análise Estatística.....	56
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	57
5.1 ANÁLISE DE TRANSMITÂNCIA DOS MATERIAIS PARA COBERTURA DO SECADOR SOLAR.....	57
5.2 FERMENTAÇÃO NATURAL.....	58
5.3 SECAGEM SOLAR.....	60
5.4 COMPOSIÇÃO QUÍMICA.....	63
5.5 ANÁLISES MICROBIOLÓGICAS.....	66
5.5.1 Contagem de bactérias lácticas (BAL)	66

5.5.2 Coliformes a 45 °C.....	66
5.6 ANÁLISES MICROSCÓPICAS.....	67
5.6.1 Pesquisa da presença de sujidades.....	67
5.6.2 Morfologia dos grânulos de amido.....	70
5.7 PERFIL DE ÁCIDOS ORGÂNICOS E ACIDEZ TOTAL TITULÁVEL.....	72
5.8 CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES TECNOLÓGICAS, TÉRMICAS, ESTRUTURAIS E CRISTALINAS.....	76
5.8.1 Propriedade de expansão.....	76
5.8.2 Cor.....	78
5.8.3 Concentração de amilose.....	81
5.8.4 Sinérese de géis de amido após ciclos de congelamento-descongelamento.....	83
5.8.5 Solubilidade e poder de intumescimento.....	85
5.8.6 Propriedades de pasta.....	88
5.8.7 Propriedades térmicas de gelatinização.....	96
5.8.8 Claridade da pasta.....	98
5.8.9 Espectroscopia na região de infravermelho médio (FTIR).....	99
5.8.10 Determinação da concentração de carboxilas e carbonilas.....	101
5.8.11 Coloração diferencial.....	102
5.8.12 Difração de raios X.....	104
5.9 ANÁLISE SENSORIAL.....	106
6 CONCLUSÃO.....	110
REFERÊNCIAS.....	112
ANEXO A.....	126
ANEXO B.....	128

1 INTRODUÇÃO

A mandioca (*Manihot esculenta* Crantz) destaca-se como fonte de carboidratos na dieta humana, apresenta elevada quantidade de amido, sendo uma importante e tradicional cultura agrícola cultivada em todo o território brasileiro. O consumo das raízes pode ocorrer pela alimentação direta ou após processamento agroindustrial, na forma de farinhas e amidos (polvilho azedo e polvilho doce ou amido de mandioca nativo). O polvilho azedo caracteriza-se como um produto amiláceo obtido a partir da fermentação natural do amido de mandioca nativo submetido à secagem solar; relata-se na literatura especializada a dificuldade na padronização do processo, dependente de condições climáticas e sujeito a contaminações físicas por poeira e insetos.

À propriedade de expansão ao forno se atribui a característica mais valorizada do polvilho azedo, sendo adquirida devido à ação dos ácidos orgânicos e enzimas amilolíticas produzidos durante a fermentação natural, juntamente com a radiação ultravioleta proveniente da secagem solar. A principal aplicação do polvilho azedo se faz em produtos panificados expandidos, como pães de queijo e biscoitos de polvilho.

A comercialização do polvilho azedo tem sido dificultada devido à falta de padrões de produção e de qualidade. Um dos maiores problemas é a secagem ao sol, realizada ao ar livre, não sendo capaz de impedir a presença de sujidades como poeira e insetos no produto.

O emprego de um processo controlado utilizando um secador solar apresenta as vantagens de baixo custo, proteção ao meio ambiente, economia de energia devido à utilização da energia solar, uma fonte de energia renovável e não poluente, além de minimizar a contaminação dos produtos por sujidades presentes no ar e insetos. Por não prejudicar a incidência da radiação ultravioleta, favorece a obtenção de um produto com qualidade higiênica compatível com as exigências da indústria de alimentos sem prejudicar as características fundamentais do ingrediente.

Dessa forma, o objetivo deste trabalho foi utilizar um processo controlado na etapa da secagem ao sol com emprego de um secador solar visando obter polvilho azedo livre de contaminações físicas, mas que receba a radiação ultravioleta necessária para adquirir a propriedade de expansão característica do produto.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Produzir polvilho azedo tradicional empregando um processo controlado na etapa de secagem ao sol, utilizando um secador solar com proteção contra contaminações.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Desenvolver um secador solar utilizando um material que não bloqueie a radiação ultravioleta incidente no produto mas que proteja contra contaminações físicas;

Obter polvilho azedo a partir de amido de mandioca, empregando-se fermentação natural e secagem solar utilizando o secador solar desenvolvido neste projeto;

Avaliar características físico-químicas, microbiológicas, microscópicas, presença de sujidades, acidez total titulável e perfil de ácidos orgânicos do polvilho azedo;

Caracterizar a propriedade de expansão ao forno, cor, resistência a ciclos de congelamento-descongelamento, teor de amilose, solubilidade e poder de intumescimento e claridade de pasta do polvilho azedo;

Determinar as propriedades de pasta, térmicas e estruturais do polvilho azedo;

Investigar a presença de grupamentos carboxilas e carbonilas por método titulométrico, espectroscopia na região do infravermelho médio e coloração diferencial;

Comparar sensorialmente biscoitos produzidos com amostras comerciais de polvilho azedo e com a amostra de polvilho azedo obtida pelo processo de secagem utilizando o secador solar.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 MANDIOCA

Uma das principais fontes de carboidratos para a alimentação humana e animal, a mandioca (*Manihot esculenta* Crantz) ocupa lugar de destaque como matéria-prima para vários produtos industrializados. De acordo com dados de 2016, a produção mundial de raízes de mandioca encontra-se concentrada no continente africano. O Brasil detém o terceiro lugar, juntamente com a Indonésia, com aproximadamente 21 milhões de toneladas (Mt), perdendo para a Nigéria (57 Mt), e a Tailândia (31 Mt) (FAO, 2018). A produção brasileira de raízes de mandioca no ano de 2017 foi de 20,7 Mt em uma área cultivada de 1,4 milhão de hectares, com quase metade dessa produção concentrada em três estados: Pará (24,2 %), Paraná (13,5 %) e Bahia (8,2 %) (IBGE, 2018). O valor nominal médio que os produtores receberam por tonelada de mandioca no período de setembro de 2017 a setembro de 2018 foi de US\$ 136,21 (SEAB; DERAL, 2018).

Cultivada em todo o território nacional, a mandioca se caracteriza como uma das mais tradicionais culturas agrícolas brasileiras. Apresenta vantagens em relação a outros cultivos, com fácil propagação, alto rendimento mesmo em solos de baixa fertilidade, além de tolerância a estiagens, pragas e doenças (CEREDA; VILPOUX, 2003a). Suas raízes tuberosas podem ser utilizadas tanto para alimentação direta quanto na indústria para obtenção de amidos, por exemplo, que são produtos utilizados na indústria alimentícia, papelreira e têxtil. Sua composição inclui, basicamente, água e carboidratos, sendo o elevado teor de amido que a caracteriza como importante fonte de energia (Tabela 1) (TACO, 2011; CHIWONA-KARLTUN et al., 2015).

Tabela 1 – Composição centesimal de raízes de mandioca.

Componentes, %	Mínimo – máximo
Carboidratos totais	89,8 – 91,1
Fibras	4,5 – 4,9
Proteínas	2,9 – 3,5
Lipídeos	0,7 – 0,8
Cinzas	0,2 – 1,6

Fonte: Adaptado de Taco (2011) e Chiwona-Karlun et al. (2015).

3.2 AMIDO

O amido, encontrado em tubérculos, raízes e sementes, pode ser considerado o constituinte mais barato e abundante para a alimentação humana (RIBEIRO; SERAVALLI, 2004). A Resolução RDC nº 263, de 22 de setembro de 2005, define amidos como sendo “os produtos amiláceos extraídos de partes comestíveis de cereais, tubérculos, raízes ou rizomas” (BRASIL, 2005).

Quando o amido não passa por alterações ao ser extraído das plantas, recebe a denominação de amido nativo ou natural, sendo utilizado principalmente na indústria alimentícia, de papel e de cartonagem. Quando o amido passa por alterações em suas propriedades físicas ou químicas, passa a ser denominado de amido modificado, proporcionando produtos amiláceos com as propriedades necessárias para usos específicos (CEREDA; VILPOUX; DEMIATE, 2003).

O amido contribui com 50 a 70 % da energia na dieta humana, proporcionando uma fonte indireta de glicose, sendo um substrato essencial no cérebro e nos glóbulos vermelhos para gerar energia metabólica (COPELAND et al., 2009). Destaca-se como principal responsável pelas propriedades de textura de muitos alimentos, apresenta muitas aplicações industriais como agente de retenção de água, estabilizante, espessante, gelificante e adesivo (DENARDIN; SILVA, 2009).

As fontes botânicas mais utilizadas para a produção comercial de amido são milho, mandioca, trigo e batata, respectivamente, sendo que, para a

produção de amido de mandioca são utilizadas apenas cerca de 4 % das raízes produzidas anualmente (WATERSCHOOT et al., 2015).

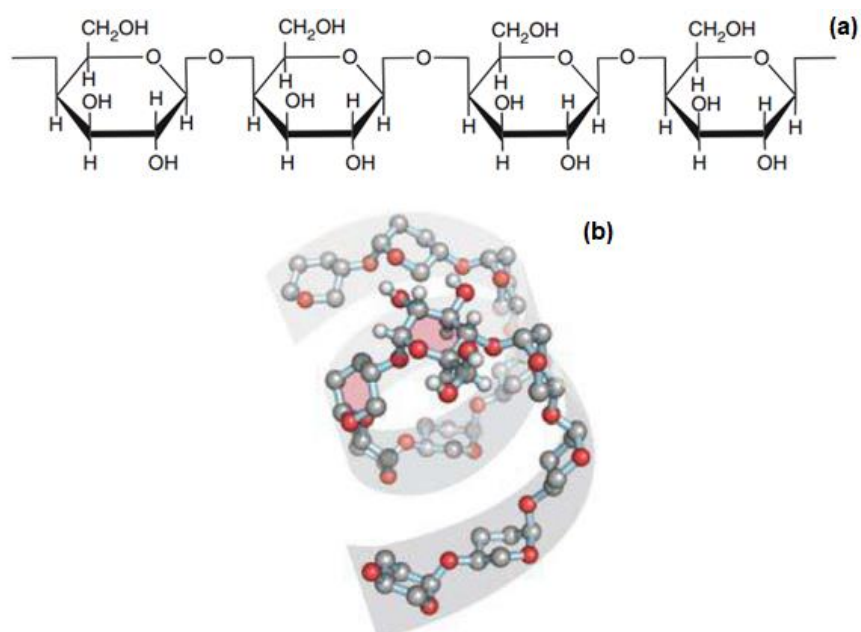
3.2.1 Composição química

O grânulo de amido apresenta uma constituição binária de dois polissacarídeos, amilose e amilopectina. Os amidos com teores de amilose menores que 15 % são chamados amidos cerosos, com 20-35 % de amilose, amidos normais e com teores superiores a 40 %, são amidos com alto teor de amilose (TESTER; KARKALAS; QI, 2004). De modo geral, amidos de mandioca e de cereais apresentam cerca de 18 e 22 % de amilose, respectivamente (CEREDA; VILPOUX; DEMIATE, 2003). O teor de umidade dos amidos nativos disponíveis comercialmente situa-se em torno de 10 %. A amilose e amilopectina constituem 98 a 99 % do peso seco dos grânulos nativos, sendo o restante composto por pequenas quantidades de lipídeos, minerais e fósforo. O teor de lipídeos dos amidos nativos está altamente correlacionado com o teor de amilose: quanto maior o teor de amilose, maior também o teor de lipídeos (COPELAND et al., 2009).

A amilose é formada por uma cadeia essencialmente linear de 350 a 1000 unidades de α -D-glicopiranoses, que estão unidas entre si por ligações glicosídicas α -1,4. Apresenta estrutura na forma helicoidal, mantida por ligações de hidrogênio entre radicais hidroxilas das moléculas de glicose. Essa estrutura pode acomodar átomos de iodo, formando compostos de inclusão de cor azul escura o que proporciona a detecção de amido por meio do teste colorimétrico (Figura 1) (COPELAND et al., 2009; GIBSON; SOLAH; MCCLEARY, 1997; RIBEIRO; SERAVALLI, 2004).

A amilopectina contém cadeias lineares de 20 a 25 unidades de α -D-glicopiranoses unidas por ligações glicosídicas α -1,4, dispostas numa estrutura altamente ramificada com ligações α -1,6. Constitui-se de 10 a 500 mil unidades de glicose e possui estrutura esférica (Figura 2) (COPELAND et al., 2009; RIBEIRO; SERAVALLI, 2004).

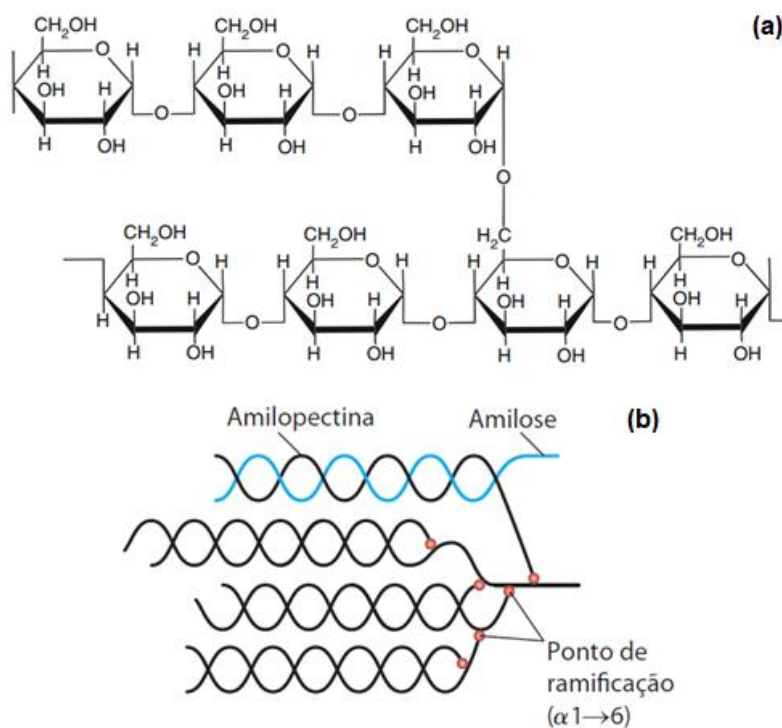
Figura 1 – Estrutura molecular da amilose.



Fonte: Wandrey, Bartkowiak, Harding (2010) (a) e adaptado de Nelson, Cox (2014) (b).

Nota: Forma plana (a) e helicoidal (b).

Figura 2 – Estrutura molecular da amilopectina.



Fonte: Wandrey, Bartkowiak, Harding (2010) (a) e adaptado de Nelson, Cox (2014) (b).

Nota: Forma plana (a) e helicoidal (b).

3.2.2 Estrutura do grânulo de amido

Em tecidos vegetais, o amido está presente em unidades individuais microscópicas denominadas de grânulos (RIBEIRO; SERAVALLI, 2004). De forma geral, os grânulos de amido variam de tamanho entre 1 e 100 μm de diâmetro. Podem variar também quanto à forma, conteúdo, estrutura e organização das moléculas de amilose e amilopectina, arquitetura de ramificação da amilopectina e cristalinidade relativa. Quanto ao tamanho, são definidos como grandes os grânulos que apresentam diâmetros superiores a 25 μm , médios, na faixa de 10 a 25 μm , pequenos, entre 5 e 10 μm e muito pequenos aqueles menores que 5 μm (LINDEBOOM; CHANG; TYLER, 2004).

A análise de microscopia eletrônica de varredura (MEV) possibilita identificar o formato e as características superficiais dos grânulos de amido. Favorece também observar erosões nas superfícies dos grânulos devido ao ataque de ácidos ou diferenciação do formato devido à variação das fontes botânicas (GARCIA et al., 2016).

Os cereais apresentam grânulos pequenos, poligonais e poliédricos. Os grânulos das leguminosas são reniformes, esféricos ou elipsoidais, com superfície lisa. Já as raízes e tubérculos apresentam grânulos grandes e normalmente ovais, redondos, esféricos, poligonais e de forma irregular. (BURRELL, 2003; HOOVER, 2001; JANE et al., 1994; MARQUEZI et al., 2016; ROCHA et al., 2008).

As moléculas de amilose e amilopectina são depositadas dentro do grânulo em camadas sucessivas, formando anéis de crescimento, em regiões amorfas e cristalinas intercaladas, caracterizando uma estrutura semicristalina. As camadas cristalinas são formadas principalmente por cadeias de amilopectina firmemente empacotadas, enquanto que as camadas amorfas contêm os pontos de ramificação de amilopectina e a maior quantidade de amilose, em uma conformação desordenada. Os padrões característicos de difração de raios X indicam a presença e as características da estrutura cristalina dos grânulos de amido.

Os padrões cristalinos tipo A, B e C caracterizam essa cristalinidade, dependendo do comprimento de cadeia de ramificação da amilopectina. Os comprimentos de cadeia curto e médio exibem o padrão cristalino tipo A, enquanto os padrões cristalinos tipo B e C compreendem amidos com comprimento de cadeia médio e longo. O padrão cristalino tipo C consiste da presença dos padrões tipo A e B em conjunto (COPELAND et al., 2009; JANE, 2006). Ao se observar os grânulos sob luz polarizada, os arranjos cristalinos resultam em um fenômeno físico denominado birrefringência (RIBEIRO; SERAVALLI, 2004). Amidos com padrão cristalino tipo A apresentam empacotamento das duplas hélices mais compacto e com menos espaço para as moléculas de água, sendo observado em amidos de cereais, cerosos e de raízes, como a mandioca. Os padrões tipo B e C mostram estrutura menos compacta com núcleo hidratado; o tipo B sendo, geralmente, encontrado em tuberosas como a batata, em banana verde e em amidos de milho com alto teor de amilose; o tipo C, por sua vez, frequente em amidos de leguminosas e sementes (JANE, 2006; SINGH et al., 2003; LOBO; SILVA, 2003).

3.2.3 Propriedades tecnológicas do amido

As propriedades de pasta e a gelatinização são fundamentais para determinar a aplicação industrial de amidos (AI; JANE, 2015). A gelatinização é um processo que ocorre ao aquecer o amido em quantidade suficiente de água, geralmente com aplicação de forças de cisalhamento. Os grânulos absorvem a água, hidratam as regiões amorfas e incham. Com o aumento da temperatura, as duplas hélices são desfeitas gradualmente, causando o rompimento da organização molecular e cristalina do interior do grânulo. Devido à essa desorganização, as regiões cristalinas são convertidas irreversivelmente em amorfas, com a perda da birrefringência e o amido torna-se transparente (WANG; COPELAND, 2013).

A temperatura de pasta caracteriza-se pela formação de uma pasta viscosa, sendo a temperatura na qual o amido perde a birrefringência. Na maioria dos amidos a temperatura de pasta está entre 60 e 80 °C; para o amido de

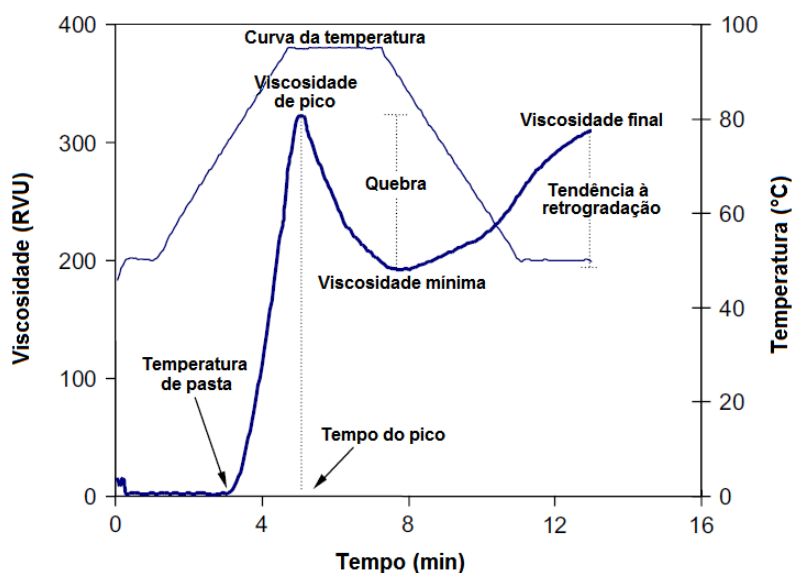
mandioca, está entre 59 e 70 °C. Geralmente, há uma relação indireta entre o teor de amilose, a temperatura de pasta e o pico de viscosidade (COPELAND et al., 2009; RIBEIRO; SERAVALLI, 2004).

No resfriamento, após a gelatinização, as moléculas desagregadas do amido começam a se reassociar em uma estrutura mais ordenada devido à redução da temperatura e formam, primeiramente, um gel e então retrogradam gradativamente para um estado semicristalino, diferente do estado inicial. A retrogradação está associada com a formação de ligações de hidrogênio intermoleculares, o retorno à estrutura cristalina do grânulo, redução de volume, aumento da firmeza do gel e sinérese – expulsão da água existente entre as moléculas. Trata-se de um processo contínuo que ocorre durante um período prolongado. A amilose retrograda ao longo de minutos a horas enquanto a amilopectina leva horas a dias, dependendo da capacidade das cadeias ramificadas em formar associações. Em alimentos processados considera-se a retrogradação da amilose relevante para as propriedades relacionadas com viscosidade, capacidade de absorção de água e digestibilidade, enquanto que a retrogradação da amilopectina parece ser um determinante importante no endurecimento de pães e bolos (COPELAND et al., 2009; RIBEIRO; SERAVALLI, 2004).

A viscosidade de suspensões de amido pode ser analisada por meio do viscoamilógrafo Brabender e do Analisador Rápido de Viscosidade, RVA (COLLAR, 2003). Caracteriza o comportamento das pastas de amido, definido pelas alterações que ocorrem nos grânulos durante a gelatinização e a retrogradação. O RVA é um viscosímetro rotacional com controle preciso de aquecimento e arrefecimento, capaz de medir o comportamento de uma suspensão aquosa de amido ou farinhas amiláceas ao cisalhamento controlado, simulando o processamento de um alimento. Num perfil típico de RVA ocorre aumento da viscosidade até um valor máximo (viscosidade de pico), seguido por um decréscimo até uma viscosidade mínima (viscosidade “*trough*”), ruptura dos grânulos, com o aumento da temperatura. A diferença entre essas viscosidades máxima e “*trough*” é dada como Quebra (“*breakdown*”). À medida que a temperatura diminui, a viscosidade aumenta novamente do valor mínimo para um valor final (viscosidade final) e a diferença entre as viscosidades mínima e

final está associada com a tendência à retrogradação (“setback”) (Figura 3) (COPELAND et al., 2009).

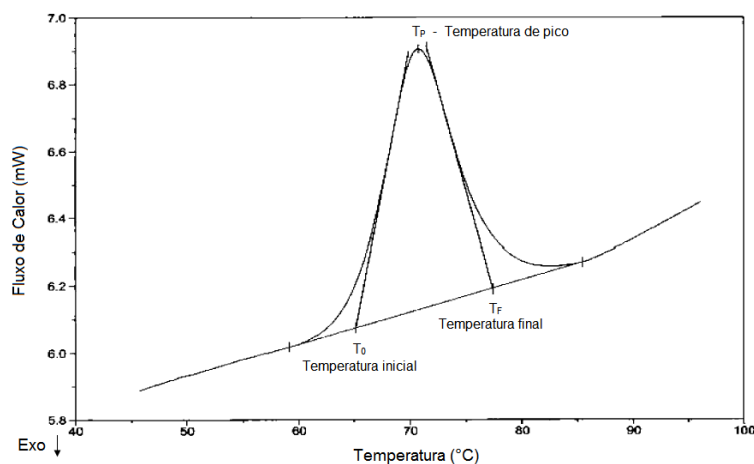
Figura 3 – Perfil típico de RVA para amido de arroz.



Fonte: Adaptado de Copeland et al. (2009).

A maneira de avaliar de forma precisa a gelatinização e retrogradação do amido é por meio de técnicas termoanalíticas, notadamente a calorimetria exploratória diferencial (DSC). As alterações estruturais que ocorrem durante a gelatinização estão relacionadas com um pico endotérmico nas curvas DSC. A temperatura inicial – *onset* (T_0) do processo indica o início do processo e é seguida pela temperatura de pico (T_P), que se relaciona à qualidade cristalina, e pela temperatura final ou de conclusão – *endset* (T_F ou T_C) (Figura 4).

Figura 4 – Ilustração esquemática das temperaturas de transição em uma curva DSC.



Fonte: Adaptado de Altay, Gunasekaran (2006).

A variação de entalpia (ΔH), representada pela integral da área sob o pico, é a energia requerida para o relaxamento das ligações de hidrogênio em regiões amorfas e cristalinas do grânulo, fornecendo uma medida qualitativa e quantitativa do cristal, indicando a perda da ordem molecular do grânulo. As temperaturas de transição e entalpias de gelatinização diferem de acordo com diferentes fontes botânicas de amido, pois estes diferem em sua composição e estrutura (CAMPANHA; FRANCO, 2011).

3.2.4 Amido de mandioca

O amido de mandioca apresenta pequenas quantidades de lipídeos, proteínas, e cinzas, (0,2, 0,3 e 0,3 %, respectivamente) e, comparado a amidos de outras fontes botânicas, como a batata, contém uma quantidade muito menor de fósforo (0,01 %) (WATERSCHOOT et al., 2015; ZHU, 2015). A produção brasileira de amido de mandioca aumentou de 170 mil ton, em 1990, para 474 mil ton, em 2013, sendo que a maior produção durante esse período ocorreu no ano de 2002 com 667 mil ton (ABAM, 2018). O preço médio pago por tonelada de amido foi de US\$ 707,96, considerando-se o período compreendido entre os meses de janeiro a outubro de 2018 (CEPEA, 2018).

A extração do amido de mandioca é relativamente simples, devido à estrutura dos tecidos da raiz tuberosa e a quantidade relativamente baixa de proteínas e gorduras. Para amidos de cereais, como o de milho, há necessidade da maceração dos grãos secos para facilitar o processo e utilização de agentes branqueadores, tornando a extração mais trabalhosa (WATERSCHOOT et al., 2015). O amido de mandioca apresenta características físico-químicas de grande interesse industrial com amplas aplicações. Quando comparado a amidos de cereais regulares, a menor temperatura de pasta e menor susceptibilidade à sinérese são algumas das propriedades que o diferenciam para aplicações industriais (DEMIATE et al., 2005).

3.3 POLVILHO AZEDO

O polvilho é um produto amiláceo extraído da mandioca e até 2004 era classificado em doce ou azedo de acordo com seu teor de acidez. O polvilho doce, também denominado amido de mandioca nativo, deveria apresentar um valor máximo de acidez correspondente a 1 mL NaOH 1 mol L⁻¹ 100 g⁻¹, enquanto o polvilho azedo, 5 mL NaOH 1 mol L⁻¹ 100 g⁻¹ (BRASIL, 1978). A Resolução n° 263 de 2005 revogou a anterior, porém não estabeleceu padrões de acidez para os polvilhos doce e azedo, apenas o limite máximo de 18 % de umidade (BRASIL, 2005). Os limites microbiológicos estabelecidos para amidos em geral são apresentados na Tabela 2 (BRASIL, 2001).

Tabela 2 – Limites microbiológicos estabelecidos para amidos.

Limites microbiológicos	Quantidade
Coliformes fecais	10 ² NMP g ⁻¹
<i>Salmonella</i> sp.	Ausente em 25 g
<i>Bacillus cereus</i>	3.10 ³ UFC g ⁻¹

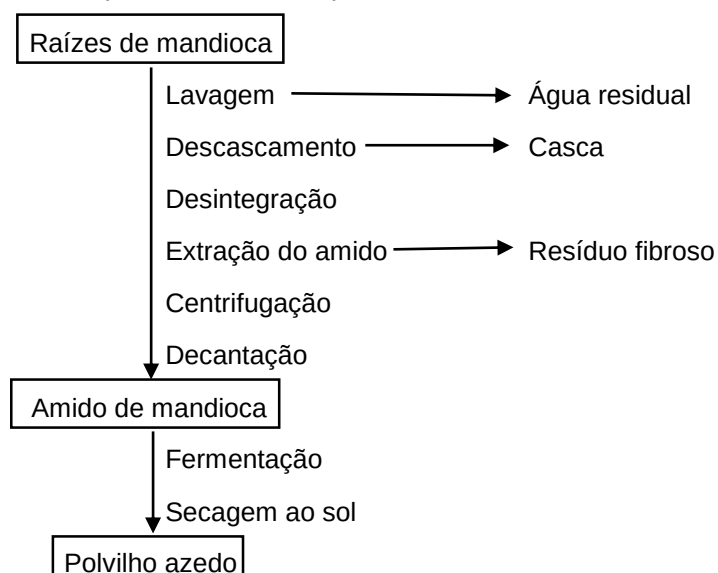
Fonte: Adaptado de Brasil (2001).

Tradicional da América Latina, o polvilho azedo é tipicamente processado no Brasil e na Colômbia (AMPE; SIRVENT; ZAKHIA, 2001). Embora a região

Sudeste do Brasil não apresente uma grande produção de raízes de mandioca, o estado de Minas Gerais se destaca na produção de polvilho azedo. Este produto, tradicional daquele estado, posteriormente, expandiu-se por todo o país, principalmente pela sua aplicação na elaboração do pão de queijo e biscoito de polvilho (CEREDA; VILPOUX, 2003b; SEAB; DERAL, 2016). As etapas do processamento do polvilho azedo estão demonstradas na Figura 5.

O polvilho azedo é composto, basicamente, por carboidratos. Sua composição química e volume específico, importante para a medida da capacidade de expansão do produto, estão apresentados na Tabela 3.

Figura 5 – Fluxograma do processamento de polvilho azedo.



Fonte: Adaptado de Avancini et al. (2007).

Tabela 3 – Composição química e volume específico do polvilho azedo.

Parâmetros	Média	Mínimo – máximo
Umidade (%)	12,98	9,49 – 15,43
Cinzas (%)	0,17	0,06 – 0,53
Lipídeos (%)	0,32	0,20 – 0,94
Proteínas (%)	0,18	0,07 – 0,38
Carboidratos totais (%)	89,6	83,7 – 97,9
pH	4,06	2,93 – 5,4
Volume específico (mL g ⁻¹)	7,95	3,33 – 10,93

Fonte: Aquino; Gervin; Amante (2016), Díaz et al. (2018), Madeira (2017), Marcon et al. (2009).

Quando o amido de mandioca nativo é submetido a um processo de fermentação natural, ocorre a formação de ácidos orgânicos que, juntamente com a secagem solar, produzem o amido fermentado, mais conhecido como polvilho azedo. Ocorre uma reação fotoquímica envolvendo o amido e os ácidos orgânicos, promovida pela radiação ultravioleta do sol, causando leve modificação na estrutura química do amido. O mecanismo de modificação mais aceito envolve um processo de oxidação (AQUINO et al., 2015; DEMIATE et al., 2000); portanto, o polvilho azedo pode ser considerado um tipo especial de amido modificado.

3.3.1 Fermentação natural

A fermentação natural do amido de mandioca ocorre em três fases num período de aproximadamente 30 dias em presença de água que, geralmente, forma uma camada superficial de 20 cm acima da massa de produto (AQUINO et al., 2015; ASCHERI; VILELA, 1995). A primeira fase está associada com a rápida queda da concentração de oxigênio do meio e as enzimas amilolíticas começam a agir sobre os grânulos de amido, fornecendo uma fonte de carbono para o metabolismo dos agentes da fermentação natural. Na segunda fase, estão presentes microrganismos acidogênicos que exigem melhores condições nutritivas para o seu desenvolvimento e produzem ácidos e gases, sendo a fase mais crítica para produzir polvilho azedo de boa qualidade. Na terceira fase, predominam microrganismos saprófitos e contaminantes que podem ser a causa do consumo de ácidos orgânicos na superfície dos tanques de fermentação natural (ALONSO-GOMEZ et al., 2016).

Durante a fermentação natural predominam as bactérias lácticas (BAL). Nos primeiros cinco dias da fermentação natural, a carga microbiana láctica aumenta e a produção de ácido láctico continua por vinte dias. A carga microbiana total e láctica permanece relativamente baixa ao final do processo de fermentação natural, tradicionalmente 30 dias. Também estão presentes leveduras e fungos, portanto, em menor quantidade. As BAL metabolizam o amido levando à produção de ácidos orgânicos, como os ácidos láctico, fórmico, acético, succínico,

propiónico e butírico. Durante a secagem, observa-se uma diminuição no teor de ácido láctico, especialmente se for realizada secagem solar (MESTRES; ROUAU, 1997; OGUNTOYINBO; DODD, 2010; LACERDA et al., 2011; ÖZCELIK; KULEY; ÖZOGUL, 2016; DÍAZ et al., 2018; PENIDO et al., 2018).

Os microrganismos tipicamente associados à fermentação natural do amido de mandioca são principalmente as bactérias do ácido láctico (LAB). O gênero predominante é o *Lactobacillus* (*L. plantarum*, *L. panis* e *L. manihotivorans*), seguido por *Bifidobacterium minimum*, *Streptococcus* sp., *Enterococcus saccharolyticus*, *Leuconostoc mesenteroides*, *Leuconostoc citreum* e *Lactococcus lactis* (AMPE; SIRVENT; ZAKHIA, 2001). Esses microrganismos são conhecidos pela produção de ácidos orgânicos que contribuem para a conservação de alimentos fermentados (PAUL ROSS; MORGAN; HILL, 2002). Os ácidos mais comumente encontrados são láctico, acético, propiónico e butírico (DEMIATE et al., 1999). A fermentação natural promove alterações no sabor e aroma do amido, sendo o novo sabor e aroma característicos de polvilho azedo.

A fermentação natural realizada comercialmente é pouco conhecida e caracteriza-se como um processo rudimentar. Alguns produtores não utilizam inóculo para acelerar, ou garantir, a fermentação, ou utilizam o polvilho azedo da safra anterior (resíduos deixados da fermentação anterior) como inóculo (CEREDA, 1987). O tempo de fermentação também é muito empírico e varia muito de região para região, podendo ser um dos responsáveis por causar grandes variações no produto final. Devido a isso, há a necessidade de uma padronização desse processo, realizando uma fermentação controlada, onde há o conhecimento do inóculo, temperatura, acidez, pH e tempo de fermentação.

3.3.2 Secagem solar

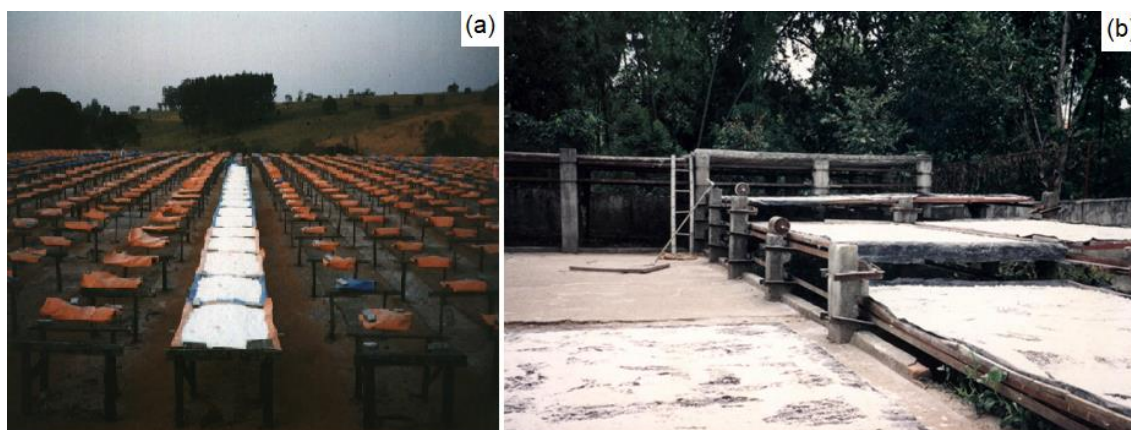
A secagem consiste na evaporação da água do alimento, ampliando seu tempo de conservação (ALMEIDA; LIMA; SOUZA, 2016). Pode ser de dois tipos: secagem natural, que utiliza a energia térmica proveniente do sol e desidratação, que necessita do fornecimento de energia artificial como, por exemplo, a energia

elétrica e o uso de calor de vapor indireto (PARK; YADO; BROD, 2001). A secagem natural tem despertado grande interesse por apresentar-se como uma alternativa promissora devido à utilização da energia solar, uma fonte de energia renovável e não poluente (FERREIRA et al., 2008). Alguns autores desenvolveram secadores solares para a secagem de diversos produtos, como mandioca, banana, manga, abacaxi e ervas (GBAHA et al., 2007; JAIN; TEWARI, 2015; SEKYERE; FORSON; ADAM, 2016).

A secagem ao sol, realizada ao ar livre, é um dos métodos mais antigos de conservação de alimentos e surgiu com a secagem de sementes de plantas, carnes, peixes e grãos pelos povos primitivos. Algumas desvantagens são observadas nesse método, como necessitar de uma grande área para espalhar o produto para secar e ser sujeito a danificações devido à chuva, vento, umidade, poeira, insetos e aves (Figura 6). Uma alternativa é utilizar um equipamento, secador solar, que, além de apresentar baixo custo e fácil montagem e fabricação, protege o produto contra poeira e insetos. Esse secador solar desempenha as funções de coletor solar e de câmara de secagem. O ar interno é aquecido por efeito de estufa e a circulação ocorre por convecção natural. Apresenta as vantagens de economizar energia, proteger o meio ambiente, ser um processo rápido e de baixo custo, e produzir produtos em condições limpas, higiênicas e sanitárias (ALMEIDA; LIMA; SOUZA, 2016; SHARMA; CHEN; VU LAN, 2009). Entretanto, alguns materiais utilizados na fabricação dos secadores solares, apesar de receberem a energia do Sol, bloqueiam a incidência da radiação ultravioleta (UV) sobre o produto.

Para a fabricação do polvilho azedo, há necessidade da incidência de radiação ultravioleta durante a secagem. A radiação UV apresenta comprimento de onda entre 100 e 400 nm, um valor mais curto e, portanto, mais energético que a luz visível (400 a 700 nm), sendo classificada em três tipos. Os raios UVC com menores comprimentos de onda dessa região espectral, 100-280 nm, são completamente bloqueados pelo oxigênio atmosférico (O₂) e pela camada de ozônio (O₃). Os raios UVB, 280-320 nm, não são absorvidos eficientemente pela camada de ozônio, sendo que uma parte incide sobre a superfície terrestre. Os raios UVA, 320-400 nm, são absorvidos fracamente pela camada de ozônio, portanto, são transmitidos facilmente para a superfície da Terra (INPE, 2017).

Figura 6 – Secagem ao sol do polvilho azedo.



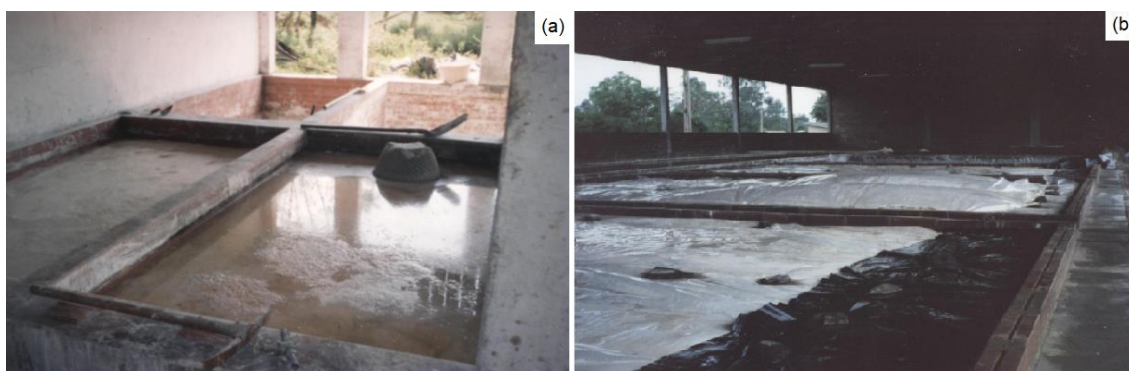
Fonte: Própria.

Nota: Secagem em jiraus (a) e barcaças (b).

A secagem ao sol do amido de mandioca fermentado ocorre por um período de um a dois dias, dependendo da estação do ano e da umidade relativa do ar (DEMIATE et al., 2000), sendo realizada ao ar livre, sem proteções contra contaminação, um processo que tem sido limitante à produção. Devido a isso observa-se a presença de sujidades como poeira e insetos e também falta de padrão nos lotes, o que dificulta a confiabilidade comercial, além de deixar o produtor à mercê do tempo, pois qualquer ameaça de chuva exige o pronto recolhimento do produto (CEREDA et al., 2001; CEREDA; VILPOUX, 2003b).

A dificuldade de uma padronização no processo produtivo também é observada, impossibilitando a obtenção de produtos de qualidade homogênea, pois a fermentação natural e a secagem solar são processos empíricos e a produção normalmente ocorre em pequenas propriedades rurais. A contaminação por sujidades, além de ocorrer durante a secagem ao sol, pode ocorrer nos tanques de fermentação, os quais, geralmente, são feitos de tijolos, com ou sem revestimento (Figura 7).

Figura 7 – Fermentação natural do polvilho azedo realizada em propriedades rurais.



Fonte: Própria.

Nota: Tanques abertos (a) e fechados (b).

Essa heterogeneidade do produto dificulta a comercialização para mercados mais exigentes. Devido a isso, há a necessidade de investimentos na padronização dos processos por parte das empresas produtoras, além de estabelecer novos padrões de qualidade, para evitar sua concorrência com amidos modificados (AQUINO; GERVIN; AMANTE, 2016). Vários pesquisadores têm desenvolvido processos de desidratação artificial utilizando lâmpadas UV para regularizar estes problemas e tornar o produto confiável no aspecto higiênico. Entretanto, esses processos normalmente são inviáveis aos pequenos produtores devido ao alto custo (FRANCO et al., 2010; VATANASUCHART et al., 2005).

3.3.3 Propriedade de expansão

Os ácidos orgânicos e enzimas amilolíticas produzidos durante a fermentação natural do amido de mandioca atacam os grânulos, promovendo modificações em propriedades funcionais e estruturais. Também foi observada a importância da radiação ultravioleta proveniente da secagem solar nessas mudanças. A ação desses ácidos orgânicos e enzimas, juntamente com a radiação ultravioleta, contribui para que o amido adquira a propriedade de expansão (alto volume específico) durante o cozimento, a qual outros amidos modificados não apresentam (AQUINO et al., 2015; DEMIATE et al., 2000; DEMIATE et al., 2005; GARCIA et al., 2016; DÍAZ et al., 2018). Quando

substituído por amido de mandioca nativo em biscoitos, o volume específico fica menor, diferindo as propriedades dos dois amidos (MAEDA; CEREDA, 2001). Ao utilizar o polvilho azedo para a fabricação de biscoitos e *snacks*, não há necessidade de realizar o processo de extrusão para obter produtos com elevado volume específico (DEMIATE et al., 2000). O polvilho azedo, adicionado às formulações de pães de queijo e biscoitos de polvilho, produz uma massa com uma estrutura alveolar macia, com uma grande capacidade de expansão e crocância (ASCHERI; VILELA, 1995).

Muitos grupos de pesquisa têm tentado entender qual o tipo de modificação se associa à propriedade de expansão característica do polvilho azedo, mas ainda não há respostas conclusivas. Alguns consideraram a hidrólise parcial ácida e enzimática do amido de mandioca e outros a presença de exopolissacarídeos bacterianos produzidos durante a fermentação natural, mas não é comprovado que estas são responsáveis pelo crescimento das massas ao forno (DEMIATE et al., 2000). Uma modificação oxidativa, com parcial despolimerização das macromoléculas constituintes do amido nas regiões amorfas devido à ação conjunta da fermentação natural e secagem solar, parece ser uma explicação plausível (MESTRES; ROUAU, 1997; VATANASUCHART et al., 2005).

Neste contexto, modificações no processo de produção do polvilho azedo são necessárias para a obtenção de um produto de maior qualidade e sem alterações nas suas características sensoriais, favorecendo sua atratividade ao consumidor.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 MATERIAIS

Os experimentos para obtenção do polvilho azedo por fermentação natural e secagem solar foram realizados utilizando-se amido de mandioca nativo fornecido pela empresa Nutriamidos (Amaporã, PR, Brasil) e armazenado no laboratório. A secagem foi realizada com emprego de um secador solar desenvolvido neste projeto. As amostras de polvilhos azedos comerciais utilizados como inóculos de bactérias lácticas e leveduras na fermentação foram obtidas no comércio local de Ponta Grossa, PR, Brasil. Todos os reagentes utilizados eram de grau analítico.

4.2 MÉTODOS

4.2.1 Análise de transmitância dos materiais para cobertura do secador solar

Para o desenvolvimento do secador solar, foram realizados testes preliminares de materiais potencialmente transparentes à radiação ultravioleta para serem utilizados no recobrimento do ambiente de secagem do equipamento. O uso de um material com essas propriedades facilitaria o controle do processo de secagem e minimizaria a contaminação por insetos e poeira, sem prejudicar a propriedade de expansão do polvilho azedo.

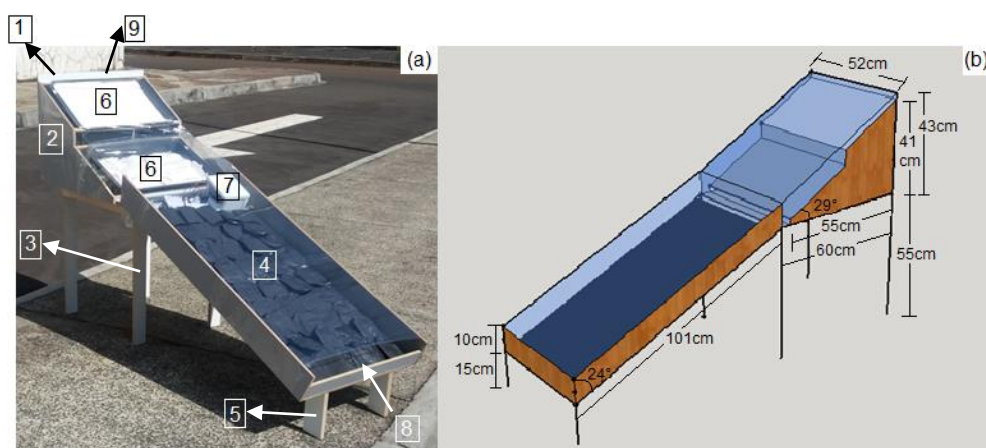
Para a escolha do material, foi realizada análise em espectrofotômetro UV-visível modelo Cary® 50 (Varian, Palo Alto, CA, EUA). Para a leitura, os diferentes materiais foram acondicionados em um suporte para amostras sólidas (UV50) e submetidos a um feixe de radiação ultravioleta no interior do equipamento com leitura da transmitância na região espectral compreendida entre 200 e 400nm (compreendendo as radiações UVA, UVB e uma parte da

radiação UVC). Os materiais analisados foram lâmina de acrílico (espessura de 3,0 mm), vidro comum (2,6 mm), lâmina de policarbonato (2,0 mm), filme de polietileno (0,04 mm) e filme de PVC (0,008 mm). Uma cubeta de quartzo de 2,52 mm de espessura foi utilizada como referência por apresentar alta transmitância nessa região.

4.2.2 Desenvolvimento do secador solar

O secador solar foi constituído por uma estrutura principal e um coletor solar, ambos confeccionados em madeira de 6 mm de espessura. A estrutura foi composta por quatro pés de sustentação, uma base, duas paredes laterais e uma porta para facilitar o carregamento e a retirada das bandejas de secagem. As bandejas metálicas foram fixadas em suportes dispostos nas paredes laterais. A base superior do coletor solar foi coberta com latas de alumínio amassadas e pintadas com tinta preta fosca para favorecer o aumento da temperatura interna do secador (MILCZAREK et al., 2016). O filme de PVC de 8 µm de espessura, material escolhido por permitir a passagem da radiação ultravioleta, foi disposto sobre a parte superior do secador solar, deixando uma abertura para a entrada de ar natural e outra para a saída de ar úmido. O *software* Sketch Up (Trimble Inc., Sunnyvale, CA, EUA), versão Make 2017, foi utilizado para criar o modelo em 3D do equipamento. O modelo e as especificações do secador solar estão apresentados na Figura 8.

Figura 8 – Modelo do secador solar para polvilho azedo.

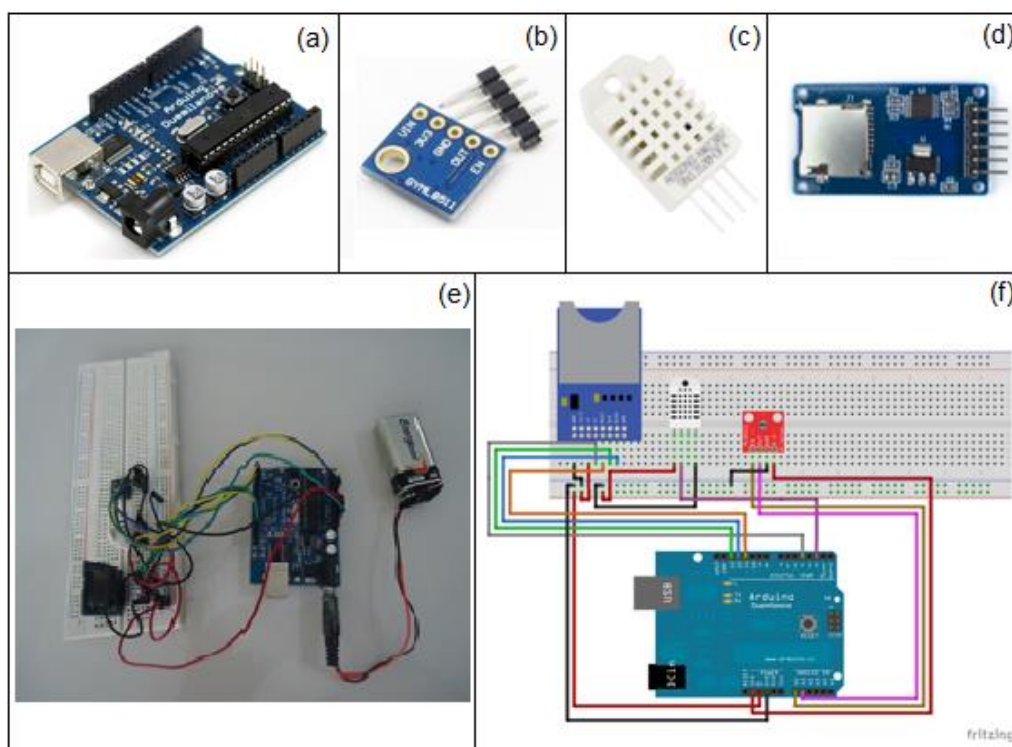


Nota: Modelo real (a) e em 3D, desenvolvido no *software* SketchUp com dimensões (b). 1: porta da estrutura principal; 2: parede lateral da estrutura principal; 3: pés de sustentação da estrutura principal; 4: coletor solar; 5: pés de sustentação do coletor solar; 6: bandejas de secagem com dimensões 47,5 x 32,0 x 5,5 cm (comp. x larg. x alt.); 7: sistema com sensores; 8: entrada de ar natural; 9: saída de ar úmido.

4.2.3 Desenvolvimento do sistema com sensores

Para realizar medições de intensidade de radiação ultravioleta incidida sobre o amido no interior do secador solar, umidade relativa e temperatura internas do secador, foram utilizados os sensores ML8511-UV (Lapis Semiconductor, Yokohama, Japão) e DHT22 (Aosong Electronics, Guangzhou, China), respectivamente, acoplados a uma placa Arduino Duemilanove (Arduino, Monza, MB, Itália). Um módulo de leitor de cartão microSD foi utilizado para gravação e armazenamento dos dados medidos pelos sensores. Os sensores foram instalados em uma *protoboard* onde cada pino foi conectado à placa Arduino Duemilanove por meio de cabos (Figura 9).

Figura 9 – Sistema de sensores.



Nota: Placa Arduino Duemilanove (a), sensor de radiação ultravioleta ML8511-UV (b), sensor de umidade e temperatura DHT22 (c), módulo leitor de Cartão MicroSD (d), conexões entre a placa Arduino Duemilanove e os sensores (e) e circuito contendo as conexões, construído no *software* Fritzing versão 0.9.3b (f).

Através do site oficial Arduino, www.arduino.cc, foi obtido o software Arduino (IDE), o qual foi utilizado para realizar a programação dos sensores e da placa Arduino Duemilanove para funcionamento do sistema (Anexo A).

O Arduino Duemilanove é uma placa de microcontrolador que possui 14 pinos de entrada e saída digitais, seis entradas analógicas, um oscilador de cristal de 16 MHz, uma conexão USB, uma tomada de energia, um cabeçalho ICSP e um botão de reinicialização. Pode ser conectado a um computador com um cabo USB ou a uma bateria. O sensor de luz ultravioleta ML8511-UV foi utilizado para medir a intensidade de radiação ultravioleta, em mW.cm^{-2} , incidente dentro do secador solar. Detecta de forma mais eficaz os comprimentos de onda entre 280 e 390 nm, compreendendo os raios UVB (280-320 nm) e UVA (320-400 nm). O sensor DHT22, também conhecido como AM2302 ou RHT03, foi utilizado para medir a temperatura e a umidade relativa internas do secador solar. A faixa de leitura de umidade varia entre 0 e 100 %, com precisão de 2 %, e a de temperatura de -40 a 80 °C, com uma precisão de 0,5 °C.

4.2.4 Fermentação natural

As fermentações naturais foram realizadas utilizando-se 90 % (g g^{-1}) de amido de mandioca nativo e 10 % (g g^{-1}) de inóculo, polvilho azedo comercial, em base úmida (AQUINO; GERVIN; AMANTE, 2016). Foram utilizados dois inóculos, ou seja, duas marcas de polvilhos azedos comerciais, denominados PC1 e PC2, resultando nas fermentações 1 e 2, respectivamente. De acordo com o método proposto por Mestres e Rouau (1997), foi utilizado um fermentador plástico com capacidade para 15 L (Figura 10), onde foram pesados o amido de mandioca nativo e o inóculo, e homogeneizados/suspensos em água potável ($1,2 \text{ mg L}^{-1}$ de cloro e pH de 7,2) (SANEPAR, 2019) em uma proporção de 1:2 de amido:água (g mL^{-1}), conforme ilustra a Tabela 4, formando uma camada de água sobrenadante. O produto foi mantido em repouso, em temperatura ambiente, sendo interrompido o processo ao atingir um valor máximo de acidez de 5,0 mL de NaOH 1 mol L^{-1} 100 g^{-1} (BRASIL, 1978). O processo de fermentação foi monitorado diariamente pela medição das temperaturas da água sobrenadante e do ambiente e pela coleta da água sobrenadante para as determinações de pH e acidez total titulável. A coleta da água foi realizada em três pontos diferentes do fermentador e as análises realizadas em triplicata.

Figura 10 – Fermentador utilizado nas fermentações naturais.

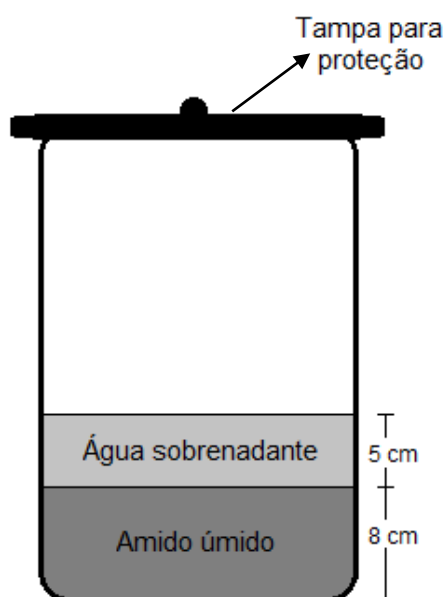


Tabela 4 – Quantidades de insumos das fermentações.

Componentes	Fermentação 1	Fermentação 2
Massa total (g)	5000	2000
Massa amido de mandioca nativo (g)	4500	1800
Massa inóculo (g)	500	200
Volume água (mL)	10000	4000

Fonte: Adaptado de Mestres, Rouau (1997).

As temperaturas da água sobrenadante e do ambiente foram monitoradas utilizando um termômetro digital modelo Simpla TE02 (Akso, São Leopoldo, RS, Brasil).

As análises de pH e acidez total titulável foram realizadas de acordo com as metodologias do Instituto Adolfo Lutz (2008). O pH foi determinado por leitura da amostra em potenciômetro de pH de bancada (modelo PHS-3B, Labmeter). A acidez total titulável foi determinada utilizando solução padrão de hidróxido de sódio, NaOH 0,1 mol L⁻¹, para neutralizar os ácidos presentes na amostra, com 3-4 gotas de solução alcoólica de fenolftaleína 1 % como indicador de pH. O resultado foi expresso em mL de NaOH 1 mol L⁻¹ 100 g⁻¹, ou seja, volume gasto multiplicado pelo fator de correção da solução alcalina, levando-se em consideração a concentração desta solução e a massa de amostra.

4.2.5 Secagem solar

Após as fermentações, a água superficial foi drenada e o amido úmido acondicionado e espalhado uniformemente nas bandejas metálicas. Na secagem 1, o amido fermentado foi dividido em três partes. Uma parte foi utilizada na secagem solar com o emprego do secador solar desenvolvido para este projeto (amostra denominada PS1), até obtenção de umidade de, no máximo, 18 % (BRASIL, 2005). Outra parte foi utilizada na secagem solar sem uso do secador solar, ou seja, sem nenhum tipo de proteção contra sujidades (PP1); e outra parte na secagem em estufa com circulação e renovação de ar modelo TE-394/2 (Tecnal, Piracicaba, SP, Brasil) a 40 °C por 24 h (PE1). Na secagem 2, o amido úmido foi acondicionado nas bandejas em uma proporção

de 1:2,25 de massa amido:área bandeja ($\text{g}:\text{cm}^2$), e a secagem realizada da mesma forma que a anterior obtendo-se as amostras codificadas PS2, PP2 e PE2.

Durante a secagem 1, utilizando o secador solar, foram realizadas medições da umidade da amostra, umidade relativa do ar, intensidade da radiação UV e temperatura interna do secador a cada uma hora. Durante a secagem solar sem proteção, foi verificada a umidade da amostra a cada hora, e durante a secagem em estufa a 40°C por 24 h foi verificada apenas a umidade final. Também foi verificada a umidade inicial das amostras antes da secagem. Durante a secagem 2, foi verificada a perda de massa a cada hora, bem como as outras medições realizadas na secagem 1.

A umidade da amostra foi monitorada pelo método convencional em estufa a 105°C (IAL, 2008). Para conferência do decréscimo de umidade durante o período da secagem solar, foi utilizado o analisador de umidade modelo MA35 (Sartorius, Goettingen, Alemanha) com fonte de calor infravermelho a uma temperatura de 110°C por 15 min.

A umidade relativa do ar, intensidade de radiação ultravioleta e temperatura interna do secador foram medidas utilizando o sistema com os sensores e a placa Arduino Duemilanove.

Após a secagem, o polvilho azedo obtido foi desagregado com o auxílio de gral e pistilo e padronizado utilizando peneira de 80 mesh e abertura nominal de $180\ \mu\text{m}$ e armazenado em embalagens primárias de polietileno de baixa densidade e secundárias de polietileno de alta densidade.

4.2.6 Avaliação da composição química

A composição química consistiu na determinação de umidade, proteínas, lipídeos, cinzas, carboidratos totais e pH. As quatro primeiras análises e o pH foram realizadas pelos métodos convencionais (IAL, 2008) e os carboidratos totais determinados por diferença entre 100 g de amostra e a soma total das percentagens dos demais constituintes.

4.2.7 Análises microbiológicas

4.2.7.1 Contagem de bactérias lácticas (BAL)

A contagem de bactérias lácticas foi realizada segundo Silva; Junqueira e Silveira (2001a). As diluições foram inoculadas em placas de Petri estéreis vazias, e o meio MRS (Ágar de Man, Rogosa e Sharpe) foi adicionado em uma temperatura entre 35 e 40 °C. A superfície das placas foi recoberta com uma sobrecamada do mesmo meio. Após completa solidificação, as placas foram incubadas invertidas a 35 °C durante 48-72 h, em atmosfera microaerófila, e as colônias desenvolvidas foram contadas. A análise foi realizada no amido de mandioca nativo, nos inóculos usados nas fermentações e nos polvilhos azedos obtidos.

4.2.7.2 Coliformes a 45 °C

A análise de coliformes a 45 °C foi realizada segundo Silva; Junqueira e Silveira (2001b). As diluições foram inoculadas em tubos contendo Caldo Lauril Sulfato Triptose (LST), e estes foram incubados a 36 °C/24-48 h e observados quanto ao crescimento e produção de gás (teste presuntivo). Para confirmação, foram transferidas alças dos tubos que apresentaram resultado positivo para tubos de caldo *E. coli* (EC), que foram incubados em banho-maria a 45 °C/24 h e observados quanto ao crescimento com produção de gás (teste confirmativo). O NMP g⁻¹ foi determinado de acordo com a tabela de NMP adequada às diluições inoculadas.

4.2.8 Análises microscópicas

4.2.8.1 Pesquisa da presença de sujidades

A pesquisa da presença de sujidades foi realizada conforme o método empregado por Demiate et al. (1997), com adaptações. A amostra foi suspensa em água e peneirada em peneira de 325 mesh e abertura nominal de 45 μm , realizando-se uma lavagem com água corrente até desaparecimento total do amido. A amostra lavada foi recolocada em béquer utilizando água para auxiliar na transferência e o volume completado para 100 mL com água deionizada. Foram adicionados 3 mL de solução de HCl 12,1 mol L⁻¹ e realizada fervura da solução em chapa aquecida por cerca de 20 min. Após o aquecimento, a amostra foi resfriada a temperatura ambiente e neutralizada. O volume foi completado para 400 mL utilizando água deionizada e a solução foi filtrada em papel de filtro quadriculado em funil de Büchner acoplado à bomba a vácuo modelo ECO-740 (Biomec, Araucária, PR, Brasil) utilizando água deionizada para lavagem das paredes do béquer. Os papéis de filtro quadriculados resultantes da filtração foram examinados em microscópio modelo CX21FS1 (Olympus, Tóquio, Japão), com aumento de 40 e 100 vezes, para quantificar terra/areia, insetos, fragmentos de insetos, larvas, pupas e pelos de roedores.

4.2.8.2 Morfologia dos grânulos de amido

Para analisar a morfologia dos grânulos de amido, as amostras foram fixadas em um suporte de alumínio e recobertas com ouro e examinadas em Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) modelo Vega 3 (Tescan, Brno, República Checa), sob uma tensão de aceleração de 25 kV e ampliação de 3500x, conforme Marcon et al. (2006) e Pereira et al. (2016). Foram obtidas imagens para observação quanto ao tamanho, formato e aparência da superfície dos grânulos de amido.

O tamanho dos grânulos foi calculado através do *software* ImageJ (Wayne Rasband, North Bethesda, MD, EUA), versão 1.52a, e foi representado pela média de 100 grânulos.

4.2.9 Perfil de ácidos orgânicos e acidez total titulável

Para a análise do perfil de ácidos orgânicos presentes no polvilho azedo, foi utilizado um sistema de Cromatografia Líquida de Alta Eficiência (CLAE) que consistiu em um módulo de separação, equipado com uma bomba quaternária, um desgaseificador (LC-20AT) e um auto injetor (SIL-20A HT) acoplado ao detector de arranjo de diodos (SPD-M20A) com faixa de trabalho de comprimento de onda de 190 a 240 nm, controlados por uma estação de trabalho (CBM-20A), com sistema de aquisição de dados LC Solutions *software*, todos fabricados pela Shimadzu Corporation (Quioto, Japão). As amostras foram suspensas em solução de ácido sulfúrico 0,005 mol L⁻¹ em uma proporção de 1:2 de amido:ácido sulfúrico (g mL⁻¹), e mantidas em agitação por 18 h. Então foram centrifugadas em micro centrífuga modelo MiniSpin plus com rotor F-45-12-11 (Eppendorf, Hamburgo, Alemanha) a 13.150 ×g por 14 min. Após a preparação das amostras, elas foram filtradas em filtro de seringa MCE 0,22 µm e injetadas em volume de 10 µL a um fluxo de 0,6 mL por min, e analisadas em coluna de exclusão iônica Biorad Aminex HPX-87H (300 × 7,8 mm) precedida por pré-coluna catiônica Cation-H (Bio-Rad) em condição isocrática. O eluente utilizado foi uma solução de ácido sulfúrico 0,005 mol L⁻¹ preparada com água ultra-pura (Milli-Q Integral®, Millipore®, São Paulo, SP, Brasil) e filtrada em filtro de nylon de 0,45 µm. A coluna foi mantida a 60 °C durante a corrida, e as amostras analisadas foram comparadas com o tempo de retenção dos padrões de referência dos ácidos láctico, acético, propiônico e butírico (DEMIATE et al., 1999).

A identificação dos ácidos orgânicos foi realizada comparando-se o tempo de retenção e espectros das amostras com os padrões. Após realizar uma varredura espectral da região do ultravioleta-visível (190-800 nm) de cada padrão, foi definido o comprimento de onda de 210 nm para quantificá-los, pois apresentou melhor resposta. A quantificação foi realizada através de curvas de calibração de padrões (concentrações 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 e 1,0 % v v⁻¹). Os valores dos limites de detecção (LOD) e de quantificação (LOQ) estão adequados para a aplicabilidade do método, visto que as concentrações de ácidos orgânicos nas amostras analisadas ultrapassaram esses valores (Tabela 5).

Tabela 5 – Parâmetros cromatográficos dos ácidos orgânicos analisados por CLAE.

Ácido orgânico	Tempo de retenção (min)	Equação	R^2	LOD (%)	LOQ (%)
D-ácido láctico	11,66	$y = 3 \times 10^6 x - 22895$	0,997	0,018	0,055
L-ácido láctico	12,64	$y = 8 \times 10^6 x - 67391$	0,996	0,013	0,038
Ácido acético	14,92	$y = 6 \times 10^6 x - 86582$	0,998	0,018	0,055
Ácido propiônico	17,40	$y = 5 \times 10^6 x - 97116$	0,997	0,019	0,057
Ácido butírico	21,00	$y = 5 \times 10^6 x - 89423$	0,997	0,020	0,059

Nota: LOD: limite de detecção; LOQ: limite de quantificação.

A acidez total titulável foi determinada de acordo com a metodologia do Instituto Adolfo Lutz (2008). O resultado foi expresso em mg de ácido láctico 100 g⁻¹ de amostra, ou seja, volume gasto multiplicado pelo fator de correção da solução alcalina, levando-se em consideração o equivalente grama do ácido láctico e a massa de amostra.

4.2.10 Caracterização das propriedades tecnológicas, térmicas e estruturais

4.2.10.1 Propriedade de expansão

A determinação da expansão foi realizada segundo a metodologia descrita por Demiate et al. (2000) e Maeda e Cereda (2001). Doze gramas da amostra foram parcialmente gelatinizadas pela adição de 10 mL de água deionizada em ebulição sobre a massa de amido. Após a homogeneização manual da mistura, a massa foi dividida em três esferas iguais que foram assadas em forno modelo *Intelligent Light* (Progás, Caxias do Sul, RS, Brasil) pré-aquecido a 200 °C, durante 25 min. Após assamento e resfriamento, foi realizada a medição de massa e volume dos biscoitos pelo método de deslocamento de sementes. Foram utilizadas sementes de alpiste e realizada a leitura volumétrica pelo transbordamento. O volume específico foi expresso em mL g⁻¹ e calculado pela relação entre o volume e a massa de cada biscoito.

4.2.10.2 Cor

Os parâmetros de cor foram determinados utilizando um espectrofotômetro modelo CM-5 (Konica Minolta, Singapura), obtendo-se os parâmetros L^* , a^* e b^* . O parâmetro L^* define a luminosidade (preto $L^* = 0$ e branco $L^* = 100$), enquanto a^* e b^* são responsáveis pelas cores (vermelho $>a^*$ e verde $<a^*$; amarelo $>b^*$ e azul $<b^*$). A partir desses dados foram calculados os valores de croma (C^*), que correspondem à intensidade da cor (Equação 1), e ângulo de tonalidade (h°) (Equação 2).

$$C^* = \sqrt{(a^*)^2 + (b^*)^2} \quad (1)$$

$$h^\circ = \tan^{-1} \frac{b^*}{a^*} \quad (2)$$

A análise foi realizada nos biscoitos obtidos na análise de expansão e suas respectivas matérias-primas (amido de mandioca nativo e polvilhos azedos obtidos pelas diferentes secagens e aqueles comerciais). A camada externa dos biscoitos da análise de expansão foram moídas, descartando-se o miolo, e analisadas em placas de Petri.

4.2.10.3 Sinérese de pastas de amido após ciclos de congelamento-descongelamento

Suspensões de amido 5 % (g g^{-1}) foram gelatinizadas a 95°C por 15 min. A pasta de amido gerada ($1,0 \pm 0,1 \text{ g}$) foi transferida para um tubo de micro centrífuga previamente pesado e deixada resfriar a 4°C por 4 h. Os tubos contendo os géis de amido foram armazenados a -18°C por 20 h seguido por descongelamento a 40°C por 4 h. O processo foi repetido por cinco ciclos. Após o 1º, 3º e 5º ciclos, os tubos foram centrifugados a $6.600 \times g$ por 10 min em micro centrífuga modelo MiniSpin plus com rotor F-45-12-11 (Eppendorf, Hamburgo, Alemanha) para remover a água liberada do gel. A sinérese foi expressa como porcentagem de massa de água liberada a partir da massa de amido gelatinizada (YANGCHENG et al., 2016).

4.2.10.4 Solubilidade e poder de intumescimento

A solubilidade e poder de intumescimento foram realizadas de acordo com a metodologia descrita por Leach; McCowen e Schoch (1959) e realizada por Demiate et al. (1997) e Takizawa et al. (2004). A solubilidade foi apresentada em % (m m^{-1} , b.s.) e calculada como a razão da massa do sobrenadante seco pela massa inicial de amostra. O poder de intumescimento foi expresso em vezes de ganho de peso em relação à massa de amostra inicial como a razão entre a massa da porção úmida decantada e a massa inicial de amostra.

4.2.10.5 Propriedades de pasta

As propriedades de pasta foram determinadas utilizando um Analisador Rápido de Viscosidade (RVA-4 Series, Newport Scientific, Warriewood, NSW, Austrália). Suspensões de 8% (g g^{-1}) de amostra em base seca foram preparadas utilizando solvente até completar 28 g. Água deionizada e soluções tampão acetato 0,1 mol L^{-1} a pH 4,0 e 6,0 foram utilizados como solventes. O perfil de análise consistiu na manutenção da temperatura a 50 °C por 1 min, aquecimento contínuo de 50 a 95 °C numa taxa de 6 °C por min, manutenção da temperatura de 95 °C durante 5 min, seguido por um resfriamento até 50 °C a 6 °C por min e manutenção a 50 °C durante 2 min, totalizando um tempo de análise de 23 min (DEMIATE et al., 2005). Foi possível avaliar, com os viscoamilogramas obtidos, os seguintes parâmetros: temperatura de pasta, viscosidade mínima, viscosidade máxima, viscosidade final, quebra e retrogradação.

4.2.10.6 Propriedades térmicas de gelatinização

As propriedades térmicas foram analisadas utilizando um calorímetro exploratório diferencial (DSC) modelo TA Q200 (TA Instruments, New Castle, DE, EUA) calibrado com padrão de índio puro 99,99 % (ponto de fusão =

156,6 °C; $\Delta H = 28,56 \text{ J g}^{-1}$), utilizando ar comprimido como atmosfera e um cadinho de alumínio vazio como referência, conforme Du et al. (2014) e Demiate et al. (2016). O amido (3 mg, base seca) foi misturado com água (12 μL), selado em cadinho de alumínio e equilibrado a 25 °C por 40 min. As temperaturas de gelatinização (T_0 , T_P , T_F) e a variação de entalpia (ΔH) foram coletadas pelo aquecimento da amostra de 20 a 100 °C, a uma razão de aquecimento de 10°C por minuto.

4.2.10.7 Teor de amilose

A afinidade de iodo (AI) foi determinada nas amostras de amido previamente desengorduradas (Hexano, em extrator Soxhlet com refluxo por 4 h) utilizando um autotitulador potenciométrico modelo 848 Titrino Plus (Metrohm, Herisau, Suíça) (SCHÖCH, 1964). Para calcular o teor de amilose, a AI do amido (AI_a) foi dividida pela AI da amilose (20 %), usando a Equação 3.

$$\text{Amilose (\%)} = \frac{AI_a}{0,2} \times 100 \quad (3)$$

4.2.10.8 Claridade da pasta

A claridade das pastas foi determinada através da metodologia descrita por Craig et al. (1989) e utilizada por Aplevicz e Demiate (2007). Suspensões a 1 % (m m^{-1}) de amostra em água deionizada foram aquecidas a 95 °C durante 30 min com agitação para completa gelatinização dos grânulos. Após resfriamento a 20 °C, a transmitância foi medida em espectrofotômetro UV-visível modelo UVmini-1240 (Shimadzu, Quioto, Japão) a 650 nm.

4.2.10.9 Espectroscopia na região de infravermelho médio (FTIR)

A análise de espectroscopia no infravermelho foi realizada conforme Demiate et al. (2000), utilizando um espectrofotômetro de infravermelho por transformada de Fourier modelo IRPrestige-21 (Shimadzu, Quioto, Japão) com a faixa espectral de 4000 a 400 cm^{-1} e resolução de 4 cm^{-1} . Com o auxílio de prensa hidráulica, foram preparadas pastilhas de KBr utilizando 100 mg de KBr e 1 mg de amostra em base seca.

4.2.10.10 Determinação da concentração de carboxilas

Os teores de carboxilas foram determinados pelo método titulométrico descrito por Smith (1967). Foram pesados aproximadamente 2 g de amostra, base seca, em um béquer de 50 mL e adicionados 25 mL de HCl 0,1 mol L^{-1} , realizando agitação em agitador magnético modelo TE-0851 (Tecnal, Piracicaba, SP, Brasil) a 25 °C durante 30 min. Em seguida, a suspensão foi filtrada em funil de Büchner acoplado à bomba a vácuo modelo ECO-740 (Biomec, Araucária, PR, Brasil) com aproximadamente 400 mL de água deionizada. O amido retido no papel de filtro foi transferido para um béquer de 500 mL e o volume ajustado para 300 mL, adicionando-se água deionizada. A suspensão foi aquecida em agitador magnético modelo TE-0853 (Tecnal, Piracicaba, SP, Brasil) a 95 °C por 15 min com agitação constante até completa gelatinização. O volume da dispersão quente de amido foi ajustado a 450 mL com água deionizada e em seguida foi realizada a titulação até pH 8,3 com solução padrão de NaOH 0,01 mol L^{-1} . O teor de carboxilas foi calculado através da Equação 4 e os resultados expressos em % (g g^{-1}), base seca.

$$\text{COOH (\%)} = \frac{(V_A - V_B) \cdot M_{\text{NaOH}} \cdot 0,045 \cdot 100}{m} \quad (4)$$

Onde: V_A = volume gasto na titulação da amostra (mL)

V_B = volume gasto na titulação do branco (mL)

M_{NaOH} = molaridade da solução de NaOH (mol L^{-1})

$$0,045 = \frac{\text{massa molar COOH}}{1000}$$

m = massa de amido em base seca (g)

4.2.10.11 Determinação da concentração de carbonilas

Os teores de carbonilas foram determinados pelo método titulométrico descrito por Smith (1967). Foram pesados aproximadamente 4 g de amostra, base seca, em um béquer de 500 mL e suspensas em 100 mL de água deionizada. A suspensão foi gelatinizada em banho de água a 95 °C durante 20 min, resfriada a 40 °C, o pH ajustado para 3,2 com HCl 0,1 mol L⁻¹ e foram adicionados 15 mL de reagente hidroxilamina (preparo descrito na sequência). O béquer, coberto com papel alumínio, foi mantido em agitação em banho Dubnoff modelo TE-053 (Tecnal, Piracicaba, SP, Brasil) a 40°C por 4 h. O excesso de hidroxilamina foi determinado por titulação até pH 3,2 com solução padrão de HCl 0,1 mol L⁻¹. Foi utilizado um branco, apenas com o reagente hidroxilamina e água, sob as mesmas condições. O conteúdo de carbonilas foi calculado de acordo com a Equação 5 e os resultados expressos em % (m m⁻¹), base seca.

$$CO (\%) = \frac{(V_B - V_A) \cdot M_{HCl} \cdot 0,028 \cdot 100}{m} \quad (5)$$

Onde: V_B = volume gasto na titulação do branco (mL)

V_A = volume gasto na titulação da amostra (mL)

M_{HCl} = molaridade da solução de HCl corrigida pelo fator de correção (mol L⁻¹)

$$0,028 = \frac{\text{massa molar } CO}{1000}$$

m = massa de amido em base seca (g)

Para o preparo do reagente hidroxilamina, foram dissolvidos 25 g de cloridrato de hidroxilamina (NH₂OH.HCl) em 100 mL de NaOH 0,5 mol L⁻¹, e em seguida foi ajustado o volume para 500 mL com água deionizada.

4.2.10.12 Coloração diferencial

Os grânulos de amido foram suspensos em solução de azul de metileno 0,1 % (m v⁻¹) para visualização das cargas negativas dos grupamentos carboxilas, utilizando a metodologia descrita por Schoch e Maywald (1956) e empregada por Silva et al. (2008) e Matsuguma et al. (2009). As amostras foram lavadas exaustivamente até a completa remoção do corante e secas em estufa com circulação e renovação de ar modelo TE-394/2 (Tecnal, Piracicaba, SP, Brasil) a 40 °C por 24 h. Após a análise, os parâmetros de cor L*, a* e b* das amostras foram medidos em espectrofotômetro portátil modelo Mini Scan EZ 4500L (HunterLab, Reston, VA, EUA), e os valores de croma (C*) e tonalidade (h°) foram calculados.

4.2.10.13 Difração de raios X

As amostras foram analisadas por difratometria de raios X de acordo com a metodologia descrita por Nara e Komiya (1983) e utilizada por Rocha; Demiate; Franco (2008). A umidade das amostras foi equilibrada em um dessecador saturado com umidade a 25 °C por sete dias. Os difratogramas foram coletados em um difratômetro de raios X modelo Ultima IV (Rigaku, Tóquio, Japão) com radiação de CuK α (λ = 1,544 Å). Os dados foram coletados num intervalo de 2 θ de 3 a 50 ° a uma velocidade de varredura de 2 ° por min e um tamanho de passo de 0,02. O índice de cristalinidade relativa (IC) foi calculado como a razão entre a área da região cristalina e a área total coberta pela curva, composta pelas áreas das regiões cristalina e amorfa, conforme a Equação 6.

$$IC (\%) = \frac{A_C}{A_C + A_A} \times 100 \quad (6)$$

Onde: A_C = área da região cristalina no difratograma

A_A = área da região amorfa no difratograma

4.2.11 Análise Sensorial

Foram elaboradas cinco formulações de biscoitos de polvilho para a análise sensorial. As formulações se diferenciaram apenas no tipo de polvilho azedo empregado. Foram utilizados o polvilho azedo obtido pela secagem utilizando o secador solar (amostra PS1) e quatro marcas comerciais de polvilho azedo. A quantidade dos ingredientes utilizados na formulação encontra-se na Tabela 6.

Tabela 6 – Ingredientes utilizados na formulação dos biscoitos de polvilho.

Ingredientes	Quantidade (g)
Polvilho Azedo	250
Leite	68
Água	200
Óleo	24
Sal	7
Ovo Líquido	55

Fonte: Aplevicz; Demiate (2007).

O processamento da massa dos biscoitos foi realizado primeiramente de forma manual, esaldando o polvilho azedo com água fervente. Após isso, os outros ingredientes foram adicionados, homogeneizados com auxílio de batedeira modelo K45SS (KitchenAid, St. Joseph, MI, EUA) e moldados. Após a realização de pré-testes, os biscoitos, dispostos igualmente no forno modelo INV-3201 (Vimepan, São Paulo, SP, Brasil), foram assados a 170 °C/20 min, sendo mantidos no forno a 100 °C por mais 30 min.

A análise sensorial realizada para os biscoitos de polvilho foi a Análise Descritiva por Ordenação-ADO, conforme Richter et al. (2010). Essa análise consistiu em um recrutamento, pré-seleção e treinamento de avaliadores, e, por fim, a ADO.

Com base na disponibilidade, os avaliadores foram recrutados, sendo informados dos produtos e procedimentos dos testes, conforme descrito no projeto aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa da Universidade Estadual

de Ponta Grossa (Parecer nº 2.436.095). A pré-seleção consistiu numa avaliação de desempenho dos avaliadores ao Teste Triangular (ABNT, 1993). Para avaliar a diferença sensorial entre duas amostras, foram utilizadas duas marcas comerciais de biscoitos de polvilho. Essa etapa foi realizada utilizando-se luz vermelha nas cabines individuais para mascarar a diferença de cor entre os biscoitos. O método sequencial de Wald foi utilizado como critério de seleção dos avaliadores (SHIROSE; MORI, 1984). O sistema de decisão foi realizado mediante o teste de hipóteses: $H_0: p_1 \leq p_0$; $H_1: p_1 > p_0$, sendo utilizados os valores $p_0=0,33$ (máxima inabilidade aceitável), $p_1=0,66$ (mínima habilidade aceitável) e para os riscos $\alpha=0,10$ (aceita candidato sem acuidade sensorial) e $\beta=0,05$ (rejeita candidato com acuidade). As amostras foram apresentadas aos avaliadores nas seis possíveis combinações (ABA, BAB, ABB, BAA, AAB, BBA). Por apresentarem a capacidade de discriminação requerida, treze candidatos foram aprovados, 46 % dos que participaram da pré-seleção.

O desenvolvimento da terminologia descritiva foi realizado com treze avaliadores pré-selecionados, utilizando-se o Método Rede (MOSKOWITZ, 1983). Foi realizada uma sessão na qual duas amostras foram apresentadas simultaneamente, sendo solicitado que os avaliadores comparassem o par de amostras e descrevessem suas similaridades e diferenças. Para levantar um maior número de atributos e facilitar o procedimento, foi entregue aos avaliadores uma ficha onde foram instruídos a observar a aparência, odor, sabor, textura e residual das amostras. Para uso do procedimento de ordenação com um critério descritivo, sugere-se o uso de, no mínimo, doze avaliadores (ISO 8587, 2006). Após a geração dos termos descritivos de cada avaliador, foram conduzidas duas sessões de treinamento e discussão em grupo para selecionar os extremos para cada atributo, utilizando produtos que os definem (Tabela 7).

Os avaliadores realizaram a ADO em triplicata, com intervalos entre as análises para evitar a fadiga sensorial. Eles receberam as amostras, servidas em copinhos descartáveis codificados com números de três dígitos aleatórios, juntamente com um copo de água e uma ficha de avaliação contendo os termos descritivos. As cinco amostras foram servidas aos avaliadores em uma só sessão, e foram ordenadas de forma crescente em relação à intensidade de cada

um dos atributos levantados pela equipe. A escala utilizada foi de menor para maior intensidade, conforme a ficha de avaliação (Anexo B).

Tabela 7 – Extremos das escalas de cada atributo.

Agrupamentos	Atributos	Extremos das escalas
Aparência	Expansão	Forte: Biscoito de polvilho marca Ofir Fraco: Rosquinha doce sabor coco
	Cor amarela	Forte: Massa de pastel frita em óleo Fraco: Biscoito de polvilho Supermercado Tozetto
Odor	Ranço	Forte: Óleo velho Fraco: Óleo novo
	Polvilho	Forte: Polvilho Azedo Fraco: Polvilho Doce
Sabor	Gordura	Forte: Massa de pastel frita em óleo Fraco: Biscoito de polvilho marca Ofir
	Polvilho	Forte: Biscoito de polvilho marca Saboritos Fraco: Biscoito de polvilho Supermercado Tozetto
Textura	Dureza	Forte: Biscoito amanteigado caseiro Fraco: Biscoito de polvilho marca Ofir
Residual	Gordura	Forte: Massa de pastel frita em óleo Fraco: Biscoito de polvilho Supermercado Tozetto

Os resultados foram analisados pela Análise Procrustes Generalizada (GPA) utilizando-se o programa Idiogrid Versão 2.4 (Stillwater, OK, EUA, 2008), para comparação da configuração das amostras e verificação da eficiência e do consenso da equipe.

Para analisar as diferenças de intensidade dos atributos, foi verificado a existência ou não de diferença significativa entre as amostras, por meio do Teste de Friedman (CHRISTENSEN et al., 2006), considerando-se cinco amostras e treze julgadores. Inicialmente, foi calculado o F_{teste} através da Equação 7.

$$F_{teste} = \frac{12}{Av \cdot t(t+1)} (S_1^2 + S_2^2 + S_3^2 + S_4^2 + S_5^2) - 3Av(t+1) \quad (7)$$

Onde: F_{teste} = valor a ser comparado com valor crítico mínimo tabelado

$Av = 39$ (número de avaliações)

$t = 5$ (número de amostras)

S_1 = soma das ordens atribuídas à amostra 1

4.2.12 Análise Estatística

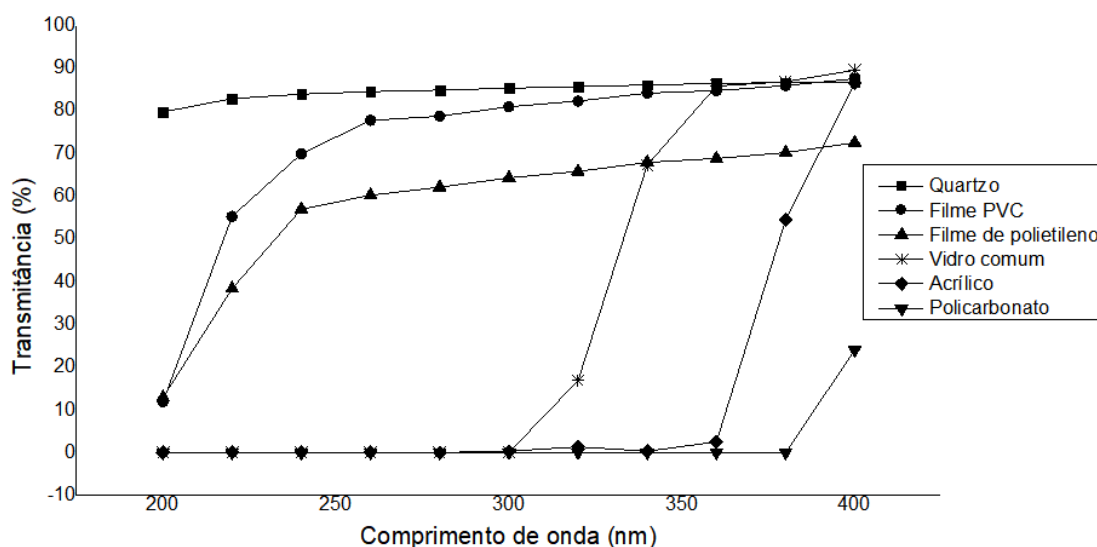
As análises foram realizadas em triplicata e os resultados expressos como média seguida do desvio padrão amostral. A homogeneidade das variâncias foi determinada pelo teste de Brown-Forsythe ($p > 0,05$ foi considerado homogêneo) e as diferenças significativas dos resultados foram analisadas utilizando ANOVA unifatorial. Quando aplicável, o teste de Fisher foi utilizado para comparar as médias ($p < 0,05$). Todas as análises estatísticas foram realizadas utilizando o *software* Statistica, versão 13.3 (TIBCO, Palo Alto, EUA).

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 ANÁLISE DE TRANSMITÂNCIA DOS MATERIAIS PARA COBERTURA DO SECADOR SOLAR

O filme de PVC com espessura de 8 μm foi escolhido para ser utilizado na elaboração do secador solar, pois, dentre os materiais analisados, obteve maior valor de transmitância da radiação ultravioleta. Ele apresentou valores próximos aos do quartzo, o que não foi observado nos demais materiais (Figura 11).

Figura 11 – Transmitância de materiais na região ultravioleta.



Ao estudarem alguns materiais, Alves et al. (2008) também observaram uma maior transmitância de luz para o PVC, em comparação com o polipropileno (PP), polietileno de baixa densidade (PEBD), politereftalato de etileno (PET) e vidro.

5.2 FERMENTAÇÃO NATURAL

Foram realizados dois processos de fermentação natural. O tempo de fermentação varia de acordo com as condições climáticas do local e do inóculo utilizado, podendo ser abreviado ou estendido. Cereda e Vilpoux (2002) mostraram que valores de acidez menores de 3,0 mL de NaOH 1 mol L⁻¹ 100 g⁻¹ apresentam uma fermentação ineficiente, enquanto valores acima de 7,0 mL de NaOH 1 mol L⁻¹ 100 g⁻¹, uma fermentação muito intensa. Portanto, o valor de acidez de 5,0 mL de NaOH 1 mol L⁻¹ 100 g⁻¹ foi considerado como um valor limite para a fermentação, conforme a Resolução revogada de 1978 (BRASIL, 1978).

A fermentação 1, que utilizou a amostra PC1 como inóculo, ocorreu por 38 dias. O processo foi interrompido ao atingir um valor de acidez de 5,60 mL de NaOH 1 mol L⁻¹ 100 g⁻¹. Pressupõem-se que ocorreu uma condição de baixa concentração de oxigênio, pois a água sobrenadante impede a passagem de grande parte de oxigênio para o amido. A temperatura ambiente durante os dias de fermentação foi de 22,26 ± 1,18 °C, enquanto a temperatura da água sobrenadante foi de 22,48 ± 1,32 °C.

A fermentação 2, utilizando a amostra PC2 como inóculo, ocorreu por 20 dias, também em baixa concentração de oxigênio, e o processo foi interrompido ao atingir um valor de acidez de 5,83 mL de NaOH 1 mol L⁻¹ 100 g⁻¹. A temperatura ambiente durante os dias de fermentação foi de 22,03 ± 0,85 °C, enquanto a temperatura da água sobrenadante foi de 22,18 ± 0,78 °C.

De acordo com Cereda (1987), o aparecimento de espuma na superfície da água sobrenadante, bolhas de gás persistentes que se formam no interior da massa e desprendimento de forte odor característico indicam, empiricamente, o final da fermentação. Essas características são provenientes da microbiota do inóculo, meio ambiente ou matéria-prima. Entretanto, essas características podem ser observadas nos primeiros dias de fermentação, portanto, se a fermentação for interrompida nessa fase obtém-se polvilhos com diferentes teores de acidez. Nos dois processos de fermentação, o aparecimento de bolores, bolhas e espuma ocorreu no início da fermentação, não sendo

coincidente com o término do processo. As Figuras 12 e 13 apresentam o aumento da acidez com consequente decréscimo do pH durante as fermentações 1 e 2, respectivamente.

O rápido consumo de nutrientes e oxigênio dissolvido devido à rápida proliferação da microbiota durante os cinco primeiros dias da fermentação 1, acarreta em um intenso decréscimo do pH nesse período, tornando-se estável entre o décimo segundo e vigésimo terceiro dias. Após esse período, houve um acréscimo no pH, que voltou a estabilizar, e novamente reduziu ao final do processo fermentativo. Esse aumento no pH a partir do 24º dia ocorreu devido ao crescimento de microbiota na superfície da água de fermentação, que consumiu uma certa quantidade de ácidos.

Após o quarto dia da fermentação 2, houve um aumento drástico no pH e uma diminuição da acidez devido ao consumo de ácidos orgânicos como fonte de carbono pelos fungos desenvolvidos. Entre o oitavo e décimo dias houve decréscimo no desenvolvimento de fungos e, consequentemente, aumento da acidez e decréscimo do pH. Um comportamento semelhante foi observado por Díaz et al. (2018).

Figura 12 – Variação da acidez e do pH em função do tempo da fermentação 1.

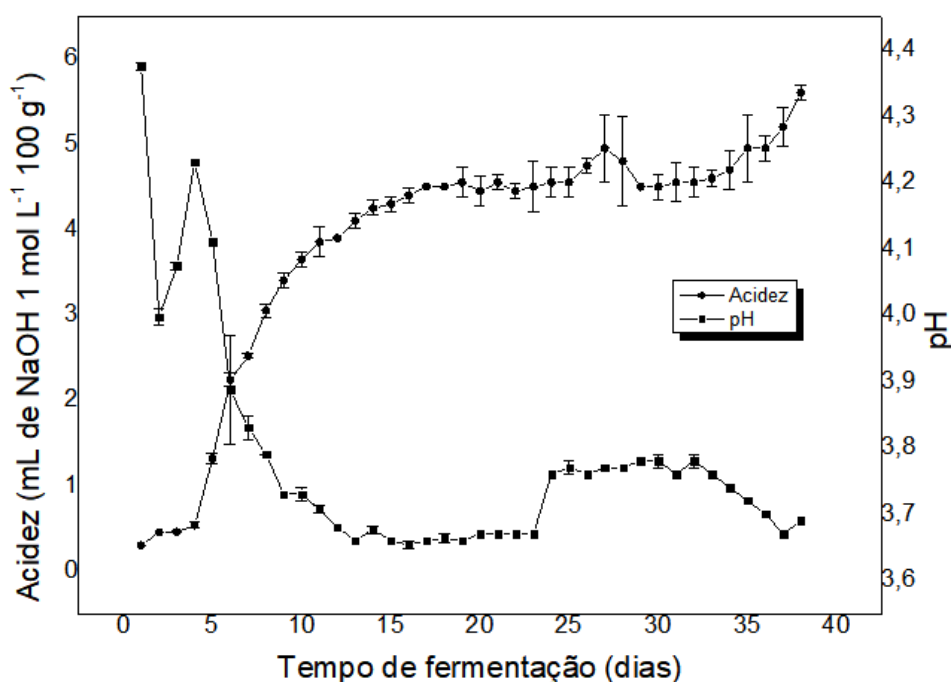
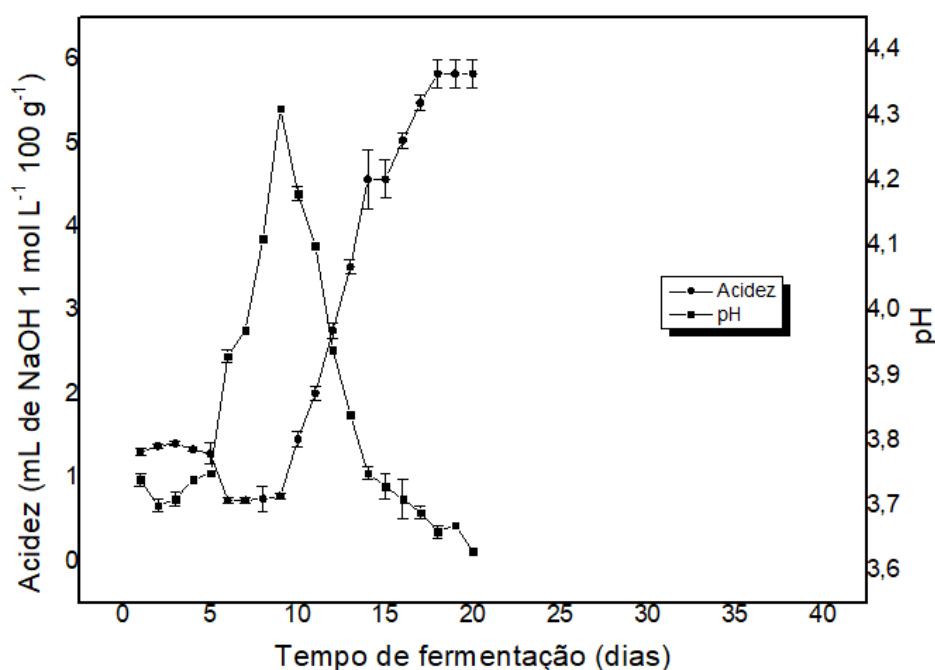


Figura 13 – Variação da acidez e do pH em função do tempo da fermentação 2.



O comportamento do pH e acidez durante a fermentação diferenciou consideravelmente nos dois processos. Na fermentação 1, o pH reduziu de 4,37 para 3,69. Na fermentação 2, o pH inicial (3,74), muito menor que o da fermentação anterior, reduziu para 3,63, sendo o pH final próximo ao inicial. A redução do pH ocorre devido à produção de ácido pelas bactérias ácido-láticas (ADEGUNWA; SANNI; MAZIYA-DIXON, 2011; CHAVES-LÓPEZ et al., 2014). De forma geral, à medida que o pH diminuiu, a acidez total titulável aumentou, como era esperado e compatível com a literatura (MARCON et al., 2006; ADEGUNWA; SANNI; MAZIYA-DIXON, 2011).

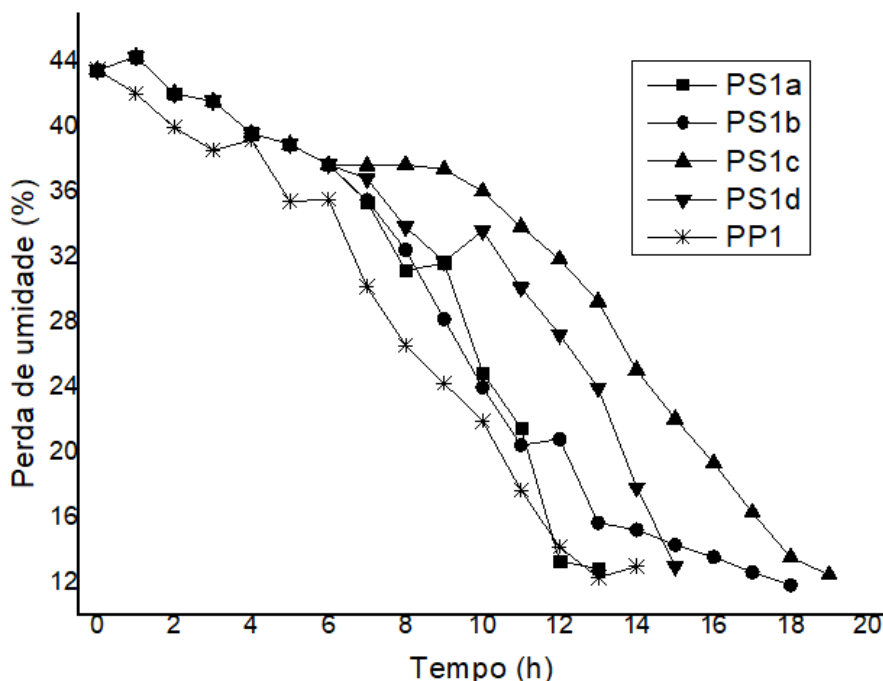
5.3 SECAGEM SOLAR

A água sobrenadante foi drenada após as fermentações naturais 1 e 2, e as secagens foram realizadas utilizando o secador solar (PS1, PS2), ao Sol sem utilização de nenhum material de proteção contra sujidades (PP1, PP2) e utilizando estufa a 40°C/24 h (PE1, PE2).

Foi realizada a secagem de toda a massa de amido úmido durante as primeiras 6 h da secagem 1. Entretanto, o processo foi dificultado devido à grande espessura de amido nas bandejas. Com o objetivo de acelerar o processo de secagem, a massa de amido resultante da fermentação 1 foi dividida em quatro partes e realizadas quatro secagens solares utilizando o secador solar separadamente (Figura 14). Na secagem 2, foram realizadas duplicatas de cada secagem para o amido úmido obtido pela fermentação 2, e fixadas a proporção entre massa e área da bandeja para que pudesse ser realizada comparação entre os diferentes métodos de secagem (Figura 15).

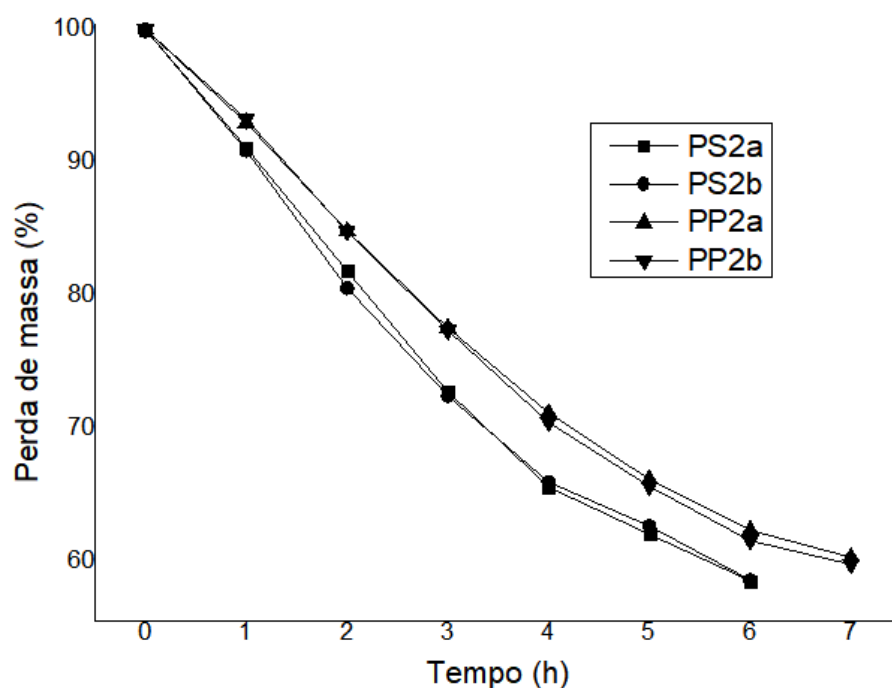
A Tabela 8 mostra a variação de umidade do polvilho azedo entre o início e o final dos dois processos de secagem. De acordo com os resultados da secagem 2, foi observado que a utilização do secador solar favoreceu a secagem, pois diminuiu o tempo de secagem e a umidade final foi menor (9,9 e 9,7 %) do que do amido seco ao sol sem utilizar o secador (11,6 e 11,5 %).

Figura 14 – Perda de umidade em função do tempo da secagem 1.



Nota: PS1a, PS1b, PS1c, PS1d – quatro repetições da secagem utilizando o secador solar; PP1 – secagem ao sol sem proteção.

Figura 15 – Porcentagem de perda de massa em função do tempo da secagem 2.



Nota: PS2a, PS2b – duas repetições da secagem utilizando o secador solar; PP2a, PP2b – duas repetições da secagem ao sol sem proteção.

Tabela 8 – Variação da umidade durante os períodos de secagem.

Amostras	Umidade inicial (%)	Umidade final (%)
PS1a	43,5	12,9
PS1b		11,8
PS1c		12,5
PS1d		13,0
PP1		13,0
PE1		11,2
PS2a	47,8	9,9
PS2b		9,7
PP2a		11,6
PP2b		11,5
PE2a		10,0
PE2b		9,8

Nota: PS1a, PS1b, PS1c, PS1d: quatro repetições da secagem utilizando o secador solar na secagem 1; PP1: secagem ao sol sem proteção na secagem 1; PE1: secagem em estufa na secagem 1; PS2a, PS2b: duas repetições da secagem utilizando o secador solar na secagem 2; PP2a, PP2b: duas repetições da secagem ao sol sem proteção na secagem 2; PE2a, PE2b: duas repetições da secagem em estufa na secagem 2.

Os parâmetros climáticos medidos durante os dois períodos de secagem estão descritos na Tabela 9 (SIMEPAR, 2018).

Tabela 9 – Parâmetros medidos durante os períodos de secagem.

Parâmetros	Secagem 1		Secagem 2	
	Média	Mín-máx	Média	Mín-máx
Temperatura ar externo (°C)*	23,9	16,8 – 29,5	25,9	17,5 – 29,2
Temperatura interna secador (°C)	45,0	21,0 – 70,7	60,9	39,3 – 66,3
Umidade relativa ar (%)*	68,6	49,9 – 84,6	49,4	30,3 – 82,7
Umidade relativa interna secador (%)	29,1	9,3 – 76,7	11,4	7,4 – 23,2
Intensidade UV (mW cm ⁻²)	1,85	0,22 – 6,96	2,34	0,36 – 3,94

Nota: *Informação obtida por Simepar (2018).

Foi necessário um longo período para realizar a secagem 1, pois, nas primeiras 6 h toda a massa de amido úmido foi acondicionada no secador solar, e isso dificultou a secagem pois a espessura de amido ficou muito elevada. Ao dividir a massa de amido em quatro partes, apesar de diminuir a espessura de amido, a secagem continuou lenta. Isso ocorreu devido às condições climáticas, pois o material precisou ser removido do local várias vezes pela ocorrência de chuvas, e devido à umidade relativa alta. A secagem 2, tanto no secador solar quanto ao sol sem proteção contra sujidades ocorreu em apenas um dia, 6 e 7 h, respectivamente. Foi mais rápida que a secagem 1 devido ao clima estar mais favorável.

5.4 COMPOSIÇÃO QUÍMICA

Os resultados da composição química do amido de mandioca nativo e polvilhos azedos obtidos pelos diferentes processos de secagem, encontram-se na Tabela 10.

Tabela 10 – Análises químicas dos produtos amiláceos.

Parâmetro	Umidade (g 100 g ⁻¹)	Cinzas (g 100 g ⁻¹)	Lipídeos (g 100 g ⁻¹)	Proteínas (g 100 g ⁻¹)	Carboidratos totais (g 100 g ⁻¹)*	pH
AM	11,57 ^b ± 0,22	0,15 ± 0,01	0,08 ± 0,04	0,14 ^{bc} ± 0,03	88,1	4,90 ^a ± 0,01
PE1	11,31 ^{bc} ± 0,69	0,12 ± 0,02	0,02 ± 0,01	0,13 ^c ± 0,02	88,4	4,52 ^f ± 0,01
PE2	10,70 ^c ± 0,15	0,14 ± 0,01	0,00 ± 0,00	0,15 ^{bc} ± 0,02	89,0	4,63 ^b ± 0,00
PS1	11,64 ^b ± 0,54	0,13 ± 0,00	0,33 ± 0,40	0,22 ^a ± 0,05	87,7	4,56 ^d ± 0,01
PS2	10,03 ^d ± 0,06	0,13 ± 0,02	0,01 ± 0,01	0,18 ^{ab} ± 0,02	89,7	4,54 ^e ± 0,00
PP1	13,34 ^a ± 0,12	0,12 ± 0,01	0,22 ± 0,13	0,14 ^{bc} ± 0,02	86,2	4,60 ^c ± 0,01
PP2	11,42 ^b ± 0,12	0,13 ± 0,01	0,13 ± 0,19	0,14 ^{bc} ± 0,00	88,2	4,56 ^d ± 0,02

Nota: * Calculado por diferença. Valores seguidos de letras diferentes na mesma coluna indicam diferença significativa a $p < 0,05$ (Fisher). AM: amido de mandioca nativo; PE1, PS1, PP1: polvilhos azedos provenientes da fermentação 1, secos em estufa, secador solar e ao sol sem proteção, respectivamente; PE2, PS2, PP2: polvilhos azedos provenientes da fermentação 2, secos em estufa, secador solar e ao sol sem proteção, respectivamente.

A RDC nº 263 de 2005 especifica apenas o teor de umidade máximo de 18 % para o polvilho azedo. A resolução revogada CNNPA nº 12 de 1978, especificava o teor mínimo de amido de 80 % e o teor máximo de cinzas de 0,5 % (BRASIL, 1978; BRASIL, 2005). Portanto, todas as amostras cumprem as exigências estabelecidas, sendo os maiores valores encontrados para umidade e cinzas de 13,34 % da amostra PP1 e 0,15 % da AM, respectivamente. A menor concentração de amido encontrada foi de 86,2 % para a PP1.

Houve diferença significativa entre as umidades e teores de proteína encontrados. A diferença na umidade pode ser atribuída ao tempo de exposição ao calor durante a secagem. Valores semelhantes foram encontrados por Marcon et al. (2009) (12,09 %) e Madeira (2017) (12,95 %). Os resultados de proteína corroboraram com os obtidos por Madeira (2017) (0,12 %).

As médias dos teores de cinzas e de lipídeos não apresentaram diferença significativa, sendo a média geral de 0,13 e 0,11 %, respectivamente. Valores similares de cinzas foram encontrados por Marcon et al. (2009) (0,12 %), Villada; Narváez; Acosta (2011) (0,15 %) e Madeira (2017) (0,13 %). Resultados semelhantes de lipídeos foram obtidos por Peroni; Rocha; Franco (2006) (0,15 %) e Ladeira e Pena (2011) (0,13 %).

Um alto teor de amido e baixos teores dos demais componentes indicam o grau de pureza dos amidos. A média dos valores encontrados foi de 99,6 % (base seca), um valor semelhante ao encontrado por Ladeira e Pena (2011) (95,6 %), indicando, portanto, um alto grau de pureza.

O amido de mandioca nativo (AM) apresentou o maior valor de pH, com diferença significativa em relação às demais amostras, como esperado, por se tratar da amostra com menor acidez. Resultados similares para amidos de mandioca nativos foram obtidos por Demiate e Kotovicz (2011) (4,99), Marcon et al. (2009) (4,97) e Madeira (2017) (3,20 a 5,76).

Os valores de pH encontrados para os polvilhos azedos apresentaram diferenças significativas entre as médias, entretanto, são valores característicos de polvilho azedo, de acordo com a literatura. Aquino; Gervin e Amante (2016) obtiveram valores de pH de 4,47, 4,82 e 4,35 e Madeira (2017), uma faixa de 2,93 a 4,14. Os diferentes processos de secagem, ao sol ou em estufa, não representaram efeito nas variações de pH, corroborando com os resultados de Marcon et al. (2009) e Díaz et al. (2018), que encontraram valores de 3,29 a 5,58 para polvilhos azedos secos ao sol, e 3,87 a 4,91 para polvilhos azedos secos em estufa.

O menor valor de pH encontrado foi de 4,52 para PE1, podendo ser considerado um valor alto em comparação com alguns dados da literatura (DÍAZ et al., 2018). Portanto, pode-se explicar esses valores de pH mais elevados devido ao revolvimento realizado, periodicamente, durante o processo de secagem. O revolvimento aumenta a área superficial de contato e, além de acelerar o processo de secagem, pode ter proporcionado uma maior perda de ácidos orgânicos, causando o aumento do pH. Isso indica que acidez e pH tem relação com o processo de secagem, além da fermentação. Esse fato também foi observado por Oliveira (2016), que encontrou um maior valor de pH para polvilho azedo seco ao sol com revolvimento em comparação aos sem revolvimento.

Durante os processos de fermentação, foi realizado o acompanhamento da variação de pH na água sobrenadante. O pH medido no final da fermentação foi consideravelmente menor que o pH encontrado para os polvilhos azedos,

após as secagens. O mesmo fato ocorreu com Díaz et al. (2018), que observaram esse aumento no pH após a secagem, comprovando o fato de que o revolvimento durante a secagem pode proporcionar uma perda de ácidos orgânicos, causando o aumento do pH.

5.5 ANÁLISES MICROBIOLÓGICAS

5.5.1 Contagem de bactérias lácticas (BAL)

Não foram observadas BAL em nenhuma das amostras analisadas. Conforme a literatura, as amostras de polvilho azedo secas não apresentam BAL, sendo encontradas somente diretamente nos tanques de fermentação (OMAR et al., 2000; PENIDO et al., 2018). Ao estudar a fermentação da mandioca, Penido et al. (2018) apresentaram valores de BAL entre $0,8 \times 10^9$ e $1,0 \times 10^9$ UFC g⁻¹ para amostras coletadas diretamente dos tanques de fermentação. Enquanto Coulin et al. (2006) apresentaram contagens de $1,2 \times 10^9$ UFC g⁻¹ e Padonou et al. (2009), um aumento de 0,6 a $0,7 \times 10^9$ UFC g⁻¹ para $1,1$ a $1,2 \times 10^9$ UFC g⁻¹ durante a fermentação.

5.5.2 Coliformes a 45 °C

A Tabela 11 mostra o resultado de coliformes a 45 °C para as amostras analisadas. Todas as amostras apresentaram o mesmo resultado, sendo representados de acordo com a tabela de Número mais Provável. Nenhuma das diluições apresentou tubos positivos, ou seja, pode-se afirmar que as amostras estão livres de contaminações por coliformes a 45 °C.

Tabela 11 – Coliformes a 45 °C.

Amostras	Coliformes a 45 °C (NMP g⁻¹)	Legislação (NMP g⁻¹)
AM, PE1, PE2, PS1, PS2, PP1, PP2	< 3	Máx. 10 ²

Nota: AM: amido de mandioca nativo; PE1, PS1, PP1: polvilhos azedos provenientes da fermentação 1, secos em estufa, secador solar e ao sol sem proteção, respectivamente; PE2, PS2, PP2: polvilhos azedos provenientes da fermentação 2, secos em estufa, secador solar e ao sol sem proteção, respectivamente.

A etapa de fermentação do amido de mandioca acarreta numa diminuição no número de microrganismos indesejáveis presentes no polvilho azedo. As bactérias coliformes não sobrevivem às condições ácidas que são desenvolvidas durante a fermentação (PARADA et al., 1996; LACERDA et al., 2005). Lacerda et al. (2005) encontraram valores de coliformes a 45 °C de 93 e 7 NMP g⁻¹ para amostras de amido de mandioca no período inicial da fermentação, contudo as mesmas foram negativas posteriormente. Castiglioni et al. (2014) observaram ausência desse contaminante em amostras de farelo de mandioca.

5.6 ANÁLISES MICROSCÓPICAS

5.6.1 Pesquisa da presença de sujidades

Não há legislação que regule a presença de sujidades em polvilho azedo. Portanto, foram realizadas comparações com os resultados obtidos para amostras de polvilhos azedos comercializadas e/ou produzidas nos estados do Paraná, Santa Catarina e Rio Grande do Sul, analisadas por Demiate et al. (1997a; 1997b; 1998). Um material areno-terroso encontrado em uma das amostras está apresentado na Figura 16. A contaminação por material biológico e/ou areno-terroso está apresentada na Tabela 12.

Figura 16 – Material areno-terroso.

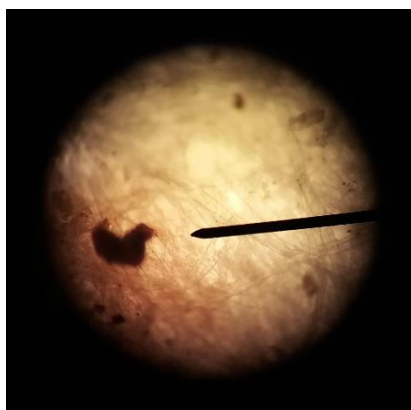


Tabela 12 – Sujidades encontradas nas amostras.

Parâmetro	Fragmentos de insetos (nº 10 g ⁻¹)	Insetos inteiros (nº 10 g ⁻¹)	Larvas e/ou pupas (nº 10 g ⁻¹)	Pelos de roedores (nº 10 g ⁻¹)	Terra e/ou areia (nº 10 g ⁻¹)
AM	-	-	-	-	-
PE1	-	-	-	-	0,33 ^c ± 0,58
PE2	-	-	-	-	-
PS1	1,00 ^c ± 1,73	-	-	-	2,67 ^c ± 3,79
PS2	1,67 ^{bc} ± 0,58	-	-	-	5,67 ^{bc} ± 2,08
PP1	0,67 ^c ± 0,58	0,33 ± 0,58	1,00 ^a ± 0,00	-	18,33 ^a ± 7,37
PP2	3,33 ^b ± 2,08	0,33 ± 0,58	1,00 ^a ± 1,00	-	10,33 ^b ± 5,51
PC1	1,00 ^c ± 1,00	-	-	-	3,67 ^c ± 1,53
PC2	7,67 ^a ± 1,53	0,33 ± 0,58	0,33 ^b ± 0,58	-	11,33 ^b ± 2,52

Nota: Valores seguidos de letras diferentes na mesma coluna indicam diferença significativa a $p < 0,05$ (Fisher). AM: amido de mandioca nativo; PE1, PS1, PP1: polvilhos azedos provenientes da fermentação 1, secos em estufa, secador solar e ao sol sem proteção, respectivamente; PE2, PS2, PP2: polvilhos azedos provenientes da fermentação 2, secos em estufa, secador solar e ao sol sem proteção, respectivamente; PC1, PC2: polvilho azedo comercial das marcas 1 e 2, respectivamente.

As amostras de amido nativo e polvilho azedo secas em estufa não mostraram a presença de fragmentos de insetos, o que era esperado, devido ao processo mais moderno de fabricação do amido de mandioca nativo e a secagem em estufas protegidas de contaminações físicas. As demais amostras apresentaram essa contaminação, devido à ação mecânica realizada no revolvimento manual do amido na etapa de secagem, inclusive utilizando o secador solar. Os resultados foram próximos aos encontrados por Demiate et al. (1997a; 1997b; 1998), onde a maioria das amostras analisadas apresentaram

0,1-2,0 unidades 10 g^{-1} . A ordem crescente da presença desses contaminantes, com diferença significativa, foi $PP1=PS1=PC1=PS2\leq PP2<PC2$, mostrando que os produtos e o inóculo da primeira fermentação (PP1, PS1 e PC1) tiveram os menores valores, comparando com os da segunda fermentação (PS2, PP2 e PC2). Isso mostra que, além da contaminação ter acontecido durante o processo de secagem, pode ser devido à presença de contaminantes no próprio inóculo, permanecendo então em seus produtos. A presença de fragmentos de insetos nas amostras PS1 e PS2 pode ter ocorrido pelo fato do secador solar conter duas aberturas, uma para entrada e outra para saída de ar, permitindo então a passagem de insetos, que podem ter sido fragmentados durante o revolvimento da massa de amido. Isso poderia ter sido evitado facilmente pela utilização de telas nessas aberturas.

A presença de insetos inteiros foi observada apenas nas amostras PP1, PP2 e PC2, ou seja, apenas nas amostras secas ao sol sem proteção e comercial. Essa contaminação ocorre devido a condições de armazenamento inadequadas, entretanto, pode também ser decorrente do processo de secagem ao sol. Insetos podem ser atraídos pelo amido devido a sua cor branca e permanecer na massa de amido sem que sua estrutura seja destruída pelo processo de revolvimento, permanecendo intactos. A mesma quantidade de contaminação foi observada em 22,6, 15,4 e 36,4 % das amostras analisadas por Demiate et al. (1997a; 1997b; 1998), respectivamente.

Apenas as amostras PP1, PP2 e PC2 apresentaram contaminação com larvas e/ou pupas. Como as mesmas amostras também apresentaram insetos inteiros, podem ser consideradas como amostras de maior quantidade de sujidades. Esse fato revela que a secagem utilizando o secador solar foi eficiente para minimizar esses tipos de contaminações. Demiate et al. (1997a; 1997b; 1998) encontraram esse contaminante em 51,6, 42,3 e 36,4 % das amostras, respectivamente.

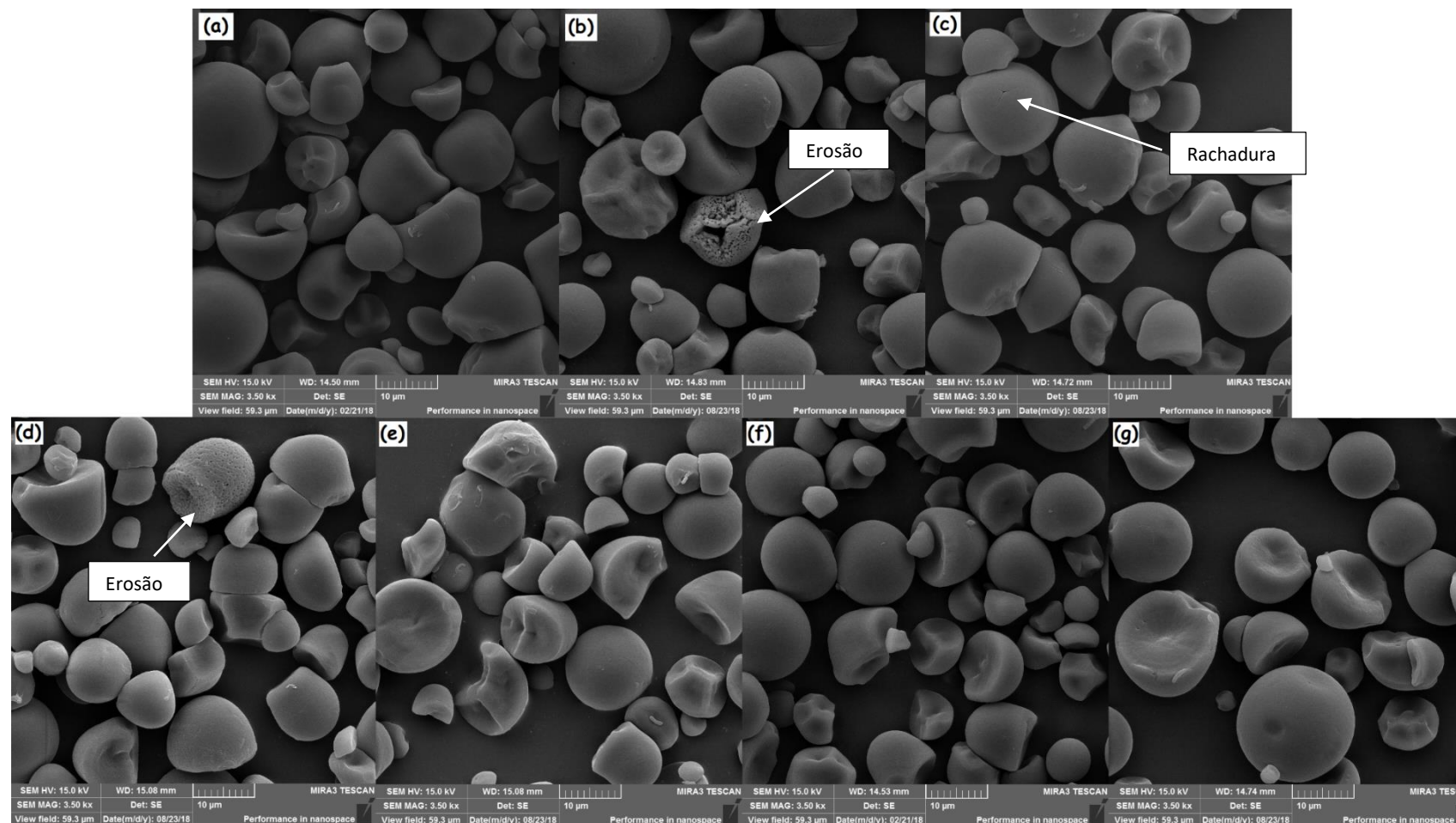
Pelos de roedores também não foram encontrados em nenhuma das amostras. Um fato favorável, pois a presença desse contaminante desqualifica o produto para consumo humano. Como esse tipo de problema ocorre durante o armazenamento do produto e essa etapa não foi considerada, o resultado já era esperado.

A ordem crescente da quantidade de matéria areno-terrosa presente nas amostras foi $PE1=PS1=PC1 \leq PS2 \leq PP2=PC2 < PP1$, não sendo encontrada em AM e PE2. A presença de matéria areno-terrosa na amostra PE1 pode ter acontecido devido à utilização de PC1 como inóculo na fermentação, a qual também apresentou essa contaminação. O vento potencializa esse tipo de contaminação, pois carrega a matéria areno-terrosa de locais com poeira e terra para o local da secagem. Isso pode explicar a contaminação encontrada nas amostras PS1 e PS2, pois, apesar do secador solar estar coberto com filme de PVC, havia duas aberturas para entrada e saída de ar. A secagem solar foi realizada no estacionamento da Universidade Estadual de Ponta Grossa, o que pode ter desencadeado uma maior contaminação pelo vento devido ao fluxo de veículos no local. Uma forma de evitar essa contaminação, seria realizar a secagem em locais mais afastados, onde não houvesse fluxo de carros próximo ao local, nem a presença de locais com terra e poeira. A colocação de barreiras físicas (filtros de ar) na entrada e na saída do ar também minimizaria este problema.

5.6.2 Morfologia dos grânulos de amido

Os grânulos de amido de mandioca nativo e fermentados apresentaram formato esférico e truncado, em linha com a literatura (HOOVER, 2001; CAMPANHA; FRANCO, 2011; GARCIA et al., 2016) (Figura 17). Pode-se observar, levemente, uma erosão na superfície dos grânulos que passaram pelo processo de fermentação, devido à ação de enzimas amilolíticas que atuam primeiramente nas regiões amorfas dos grânulos (MARCON et al., 2006) e à ação das bactérias lácticas (ALONSO-GOMEZ et al., 2016; GARCIA et al., 2016) durante a fermentação. O mesmo comportamento foi relatado por Pereira et al. (2016) e Sumardiono et al. (2018).

Figura 17 – Imagens da microscopia eletrônica de varredura (3500x) das amostras amiláceas.



Nota: AM – amido de mandioca nativo (a), PE1 – polvilho azedo seco em estufa da fermentação 1 (b), PE2 – polvilho azedo seco em estufa da fermentação 2 (c), PS1 – polvilho azedo seco no secador solar da fermentação 1 (d), PS2 – polvilho azedo seco no secador solar da fermentação 2 (e), PP1 – polvilho azedo seco ao sol sem proteção da fermentação 1 (f) e PP2 – polvilho azedo seco ao sol sem proteção da fermentação 2 (g).

O tamanho dos grânulos está representado na Tabela 13. O menor diâmetro encontrado foi compatível com o apresentado por Alonso-Gomez et al. (2016), que foi de 2 a 12 μm , para amidos de mandioca. O diâmetro maior foi compatível com valores reportados por Peroni; Rocha e Franco (2006) que obtiveram valores entre 7,6 e 23,5 μm para amido de mandioca. O tamanho dos grânulos pode variar entre 3 e 32 μm (DEFLOOR; DEHING; DELCOUR, 1998).

Tabela 13 – Tamanho dos grânulos de amido.

Amostra	Diâmetro médio (μm)	Mínimo-máximo (μm)
AM	$10,7 \pm 3,8$	1,6 – 18,2
PE1	$11,3 \pm 3,8$	2,5 – 22,0
PE2	$10,9 \pm 3,7$	2,8 – 22,3
PS1	$10,8 \pm 3,5$	3,0 – 22,6
PS2	$10,1 \pm 4,1$	1,7 – 18,2
PP1	$10,7 \pm 3,7$	2,1 – 17,5
PP2	$10,1 \pm 3,5$	2,5 – 18,4

Nota: AM: amido de mandioca nativo; PE1, PS1, PP1: polvilhos azedos provenientes da fermentação 1, secos em estufa, secador solar e ao sol sem proteção, respectivamente; PE2, PS2, PP2: polvilhos azedos provenientes da fermentação 2, secos em estufa, secador solar e ao sol sem proteção, respectivamente.

Os grânulos são classificados, quanto ao tamanho, em grandes ($>25 \mu\text{m}$), médios ($10\text{-}25 \mu\text{m}$), pequenos ($5\text{-}10 \mu\text{m}$) e muito pequenos ($<5 \mu\text{m}$) (LINDEBOOM; CHANG; TYLER, 2004). Assim sendo, os grânulos das amostras analisadas são classificados como médios.

5.7 PERFIL DE ÁCIDOS ORGÂNICOS E ACIDEZ TOTAL TITULÁVEL

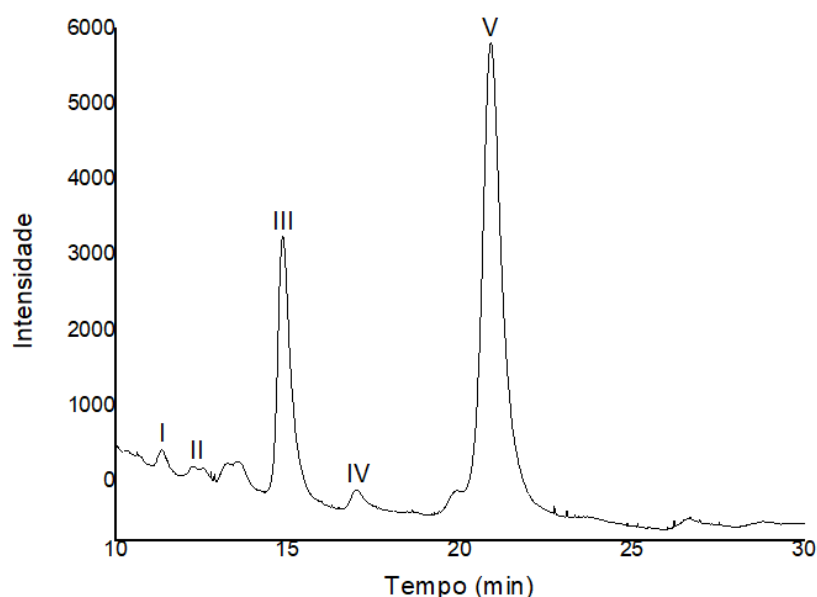
As concentrações dos ácidos D-lático, L-lático, acético, propiônico e butírico e a acidez total titulável nas amostras de polvilho azedo estão apresentadas na Tabela 14. O cromatograma da amostra PS2 está representado na Figura 18.

Tabela 14 – Concentração de ácidos orgânicos, % do total de ácidos e acidez total titulável dos produtos amiláceos.

Amostras	mg kg ⁻¹ e % do total de ácidos											Acidez total
	D-ácido láctico		L-ácido láctico		Ácido acético		Ácido propiônico		Ácido butírico		Total de ácidos	titulável (mg ácido láctico kg ⁻¹)
PE1	-	-	< LOQ	0,0	< LOQ	0,0	-	-	1316 ^b ± 29	100,0	1316 ^e ± 29	1492 ± 169
PE2	-	-	< LOQ	0,0	< LOQ	0,0	635 ± 7	29,2	1536 ^a ± 36	70,8	2171 ^a ± 29	1880 ± 358
PS1	-	-	< LOQ	0,0	648 ^a ± 16	35,2	-	-	1193 ^d ± 9	64,8	1841 ^c ± 23	1866 ± 309
PS2	< LOQ	0,0	< LOQ	0,0	589 ^b ± 1	31,0	< LOQ	0,0	1308 ^b ± 8	69,0	1897 ^b ± 8	1876 ± 105
PP1	< LOQ	0,0	< LOQ	0,0	< LOQ	0,0	-	-	1147 ^e ± 3	100,0	1147 ^f ± 3	1556 ± 258
PP2	-	-	< LOQ	0,0	559 ^c ± 3	31,0	< LOQ	0,0	1245 ^c ± 2	69,0	1804 ^d ± 0	1794 ± 106

Nota: Valores seguidos de letras diferentes na mesma coluna indicam diferença significativa a $p < 0,05$ (Fisher). PE1, PS1, PP1: polvilhos azedos provenientes da fermentação 1, secos em estufa, secador solar e ao sol sem proteção, respectivamente; PE2, PS2, PP2: polvilhos azedos provenientes da fermentação 2, secos em estufa, secador solar e ao sol sem proteção, respectivamente; PC1, PC2: polvilho azedo comercial das marcas 1 e 2, respectivamente.

Figura 18 – Cromatograma dos ácidos orgânicos na amostra PS2.



Nota: PS2 – polvilho azedo seco no secador solar, proveniente da fermentação 2. Ácido D-lático (I), ácido L-lático (II), ácido acético (III), ácido propiônico (IV) e ácido butírico (V).

De acordo com a Tabela 14, as maiores concentrações de ácidos orgânicos nas amostras de polvilho azedo foram observadas para o ácido butírico, que representou de 65 a 100 % do total de ácidos. Correspondendo às concentrações 1.193 e 1.316 mg kg^{-1} , verificadas nas amostras PS1 e PE1, respectivamente. O segundo componente encontrado em maior quantidade foi o ácido acético, com uma representatividade máxima de 35 % do total de ácidos, correspondente à concentração de 648 mg kg^{-1} na amostra PS1. Enquanto que para o ácido propiônico (0 a 29 % do total), a maior concentração observada foi 635 mg kg^{-1} para a amostra PE2. Apenas as amostras PS2 e PP1 apresentaram traços do ácido D-lático, enquanto traços do ácido L-lático foram encontrados em todas as amostras. O ácido propiônico não foi encontrado nas amostras PE1, PS1 e PP1, todas provenientes da Fermentação 1. Provavelmente, esse ácido também não estava presente no polvilho azedo utilizado como inóculo nessa fermentação e, assim sendo, não foi encontrado em nenhum de seus produtos. Em algumas das amostras analisadas por Demiate et al. (1999), não foram detectadas a presença dos ácidos propiônico e lático, enquanto Díaz et al. (2018) não identificaram os ácidos acético, propiônico e butírico.

Em todas as amostras, foi observada a tendência de haver maior concentração de ácido butírico. Cereda (1983) também observou essa tendência em amostras de polvilho azedo dos estados do Paraná e de Santa Catarina, com uma maior concentração para o ácido butírico, seguido dos ácidos láctico e acético.

Essa maior quantidade de ácido butírico pode ser explicada pela maior temperatura (20,4 a 25,9 °C) observada durante os processos de fermentação realizados. Há relatos de que em regiões frias a fermentação é lenta e predomina a microbiota láctica, com maior frequência do *Lactobacillus plantarum*, enquanto em regiões quentes, a fermentação é mais rápida com predomínio da microbiota butírica, sendo mais relevante o *Clostridium butyricum* (SILVEIRA et al., 2003; LACERDA et al., 2005). Mestres et al. (2000) realizaram duas fermentações com temperaturas diferentes, sendo que a temperatura mais baixa favoreceu a formação de ácido láctico e a mais alta, de ácido butírico.

Foram encontradas concentrações menores que LOQ para os ácidos D-lático e L-lático, diferindo com outros estudos que encontraram altas concentrações, variando de 130 a 8.130 mg kg⁻¹ (DEMIATE et al., 1999; OLIVEIRA, 2016). As concentrações dos ácidos acético, propiônico e butírico, <LOQ a 648, <LOQ a 635 e 1.147 a 1.536 mg kg⁻¹, respectivamente, foram próximas às encontradas em outros estudos, com variações de 0 a 680, 0 a 771 e 992 a 1934 mg kg⁻¹, respectivamente (DEMIATE et al., 1999; OLIVEIRA, 2016).

Além dos ácidos láctico, acético, propiônico e butírico, outros ácidos orgânicos também podem ser encontrados nos amidos fermentados. Em amostras de amidos fermentados e polvilhos azedos comerciais analisadas por Díaz et al. (2018), foram encontradas as concentrações de 62 a 8.547 mg kg⁻¹ de ácido láctico, 0 a 1.765 mg kg⁻¹ de ácido acético, 0 a 657 mg kg⁻¹ de ácido propiônico e 0 a 4.979 mg kg⁻¹ de ácido butírico. Também foram encontradas pequenas quantidades de ácido fórmico (0 a 221 mg kg⁻¹), succínico (0 a 372 mg kg⁻¹) e málico (74 a 345 mg kg⁻¹). O ácido succínico também foi quantificado por Rebouças et al. (2016), além dos ácidos láctico e acético.

A acidez total titulável não apresentou diferença significativa entre as amostras e apresentou a mesma tendência dos resultados da somatória dos

ácidos orgânicos. As diferenças entre os valores podem ser devido à diversidade das duas técnicas.

5.8 CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES TECNOLÓGICAS, TÉRMICAS, ESTRUTURAIS E CRISTALINAS

5.8.1 Propriedade de expansão

A propriedade de expansão está representada pelo volume específico dos biscoitos na Tabela 15. A amostra comercial, PC3, foi utilizada para auxiliar a comparação dos resultados. Estes mostraram a tendência geral de que os valores de expansão do amido de mandioca nativo, AM, e dos polvilhos azedos secos em estufa, PE1 e PE2, foram significativamente menores que os valores dos polvilhos azedos secos ao sol, PP1 e PP2, no secador solar, PS1 e PS2, e comerciais, PC1, PC2 e PC3, corroborando com a literatura (ALVARADO et al., 2013; MARCON et al., 2009; REBOUÇAS et al., 2016).

Tabela 15 – Volume específico dos biscoitos.

Amostras	Volume específico (mL g ⁻¹)
AM	2,86 ^d ± 0,05
PE1	3,24 ^{cd} ± 0,45
PE2	3,22 ^{cd} ± 0,57
PS1	4,55 ^b ± 0,46
PS2	4,23 ^{bc} ± 0,31
PP1	4,92 ^b ± 0,34
PP2	4,61 ^b ± 0,48
PC1	4,62 ^b ± 0,55
PC2	6,88 ^a ± 1,34
PC3	6,98 ^a ± 0,89

Nota: Valores seguidos de letras diferentes na mesma coluna indicam diferença significativa a $p < 0,05$ (Fisher). AM: amido de mandioca nativo; PE1, PS1, PP1: polvilhos azedos provenientes da fermentação 1, secos em estufa, secador solar e ao sol sem proteção, respectivamente; PE2, PS2, PP2: polvilhos azedos provenientes da fermentação 2, secos em estufa, secador solar e ao sol sem proteção, respectivamente; PC1, PC2, PC3: polvilho azedo comercial das marcas 1, 2 e 3, respectivamente.

Os polvilhos azedos PS1, PS2, PP1, PP2 e PC1 não apresentaram diferença significativa entre eles, mostrando que o método de secagem ao sol utilizando o secador solar é eficiente para obter um produto com boa capacidade de expansão e livre de sujidades, pois se assemelha a um produto comercial, PC1.

O PC1 se trata da mesma amostra de polvilho azedo comercial utilizada como inóculo no primeiro processo de fermentação natural realizada para a obtenção do PS1, PP1 e PE1. O PC2, por sua vez, foi utilizado no segundo processo de fermentação, obtendo-se PS2, PP2 e PE2. Portanto, pode-se afirmar que os valores de volume específico que os inóculos apresentam não possuem relação com os valores de seus produtos, já que apenas PS1, PP1 e PC1 apresentaram valores sem diferença significativa, enquanto PS2, PP2 e PC2 apresentam essa diferença.

Um ponto negativo foi que PS2 não apresentou diferença significativa com as amostras secas em estufa, PE1 e PE2, e obteve um valor mais baixo de volume específico que PS1, mesmo que sem diferença significativa. Conforme o resultado obtido pelo sensor ML8511 UV, a média da intensidade de radiação ultravioleta incidida durante o período da secagem, sobre PS1 foi menor, $1,85 \text{ mW cm}^{-2}$, que a incidida sobre PS2, $2,34 \text{ mW cm}^{-2}$. O tempo de exposição ao sol de PS1 foi de 13 a 19 h, enquanto de PS2, apenas 6 h. Portanto, por mais que PS1 tenha ficado mais tempo exposto ao sol, recebeu menor intensidade de radiação, devido ao baixo efeito térmico e luminoso, conforme as temperaturas demonstradas na Tabela 9. Isso mostra que a amostra que recebeu uma maior quantidade de radiação, apresentou um menor volume específico. O fato é comprovado por Vatanasuchart et al. (2005), que mostraram que uma exposição excessiva à radiação ultravioleta pode diminuir a propriedade de expansão do polvilho azedo.

Os volumes específicos encontrados para PC2 e PC3 foram significativamente maiores que para os outros polvilhos. A mesma tendência foi encontrada por Marcon et al. (2009), que obtiveram maiores valores de volume específico para uma marca comercial de polvilho azedo, $10,07 \text{ mL g}^{-1}$, em relação ao polvilho azedo seco ao sol, $5,59 \text{ mL g}^{-1}$, durante o estudo.

A propriedade de expansão é classificada em pequena ($<5 \text{ mL g}^{-1}$), média ($5\text{-}10 \text{ mL g}^{-1}$) e elevada ($>10 \text{ mL g}^{-1}$) de acordo com o volume específico (NUNES; CEREDA, 1994). Portanto, as amostras PC2 e PC3 são classificadas em média expansão, enquanto as demais em pequena expansão. Resultado similar foi encontrado por Rebouças et al. (2016) para amido de mandioca nativo e polvilho azedo seco ao sol de pequena expansão, com volumes específicos de $1,4$ e $4,5 \text{ mL g}^{-1}$, respectivamente. Dias et al. (2007) obtiveram polvilhos azedos de pequena e média expansão, com valores entre $3,67$ e $7,22 \text{ mL g}^{-1}$, bem como Aquino et al. (2013). Aquino; Gervin e Amante (2016) analisaram polvilhos azedos de sete polvilharias provenientes do estado de Santa Catarina e encontraram valores entre média e elevada expansão. Franco et al. (2010) encontraram valores de pequena expansão para amido de mandioca nativo, $2,35 \text{ mL g}^{-1}$, e de elevada expansão para duas amostras de polvilho azedo comerciais, $12,10$ e $13,05 \text{ mL g}^{-1}$.

Cereda e Bonassi (1985) e Oliveira (2016) afirmam que, entre os ácidos orgânicos formados na fermentação do amido de mandioca, o ácido lático é o principal responsável pela expansão do polvilho azedo. Como esse ácido não foi encontrado nas amostras (apenas traços), isso pode ser a razão dos baixos valores de volume específico nas amostras.

5.8.2 Cor

A análise de cor realizada nos biscoitos obtidos no teste de expansão e suas respectivas matérias-primas, amido de mandioca nativo e polvilhos azedos, estão apresentadas nas Tabelas 16 e 17, respectivamente.

Os polvilhos azedos comerciais que obtiveram maiores valores de expansão, PC2 e PC3, apresentaram coloração mais escura que os demais, após assamento, como pode ser observada na Figura 19. Isso pode ter ocorrido devido à sua maior capacidade de expansão, ou seja, maior evaporação durante assamento por possuir uma maior abertura dos alvéolos e, conseqüentemente, maior área exposta ao calor, resultando numa coloração mais amarelada.

Tabela 16 – Cor dos biscoitos obtidos na análise de expansão.

Amostra	L*	a*	b*	h°	C*
AM	86,1 ^a ± 0,03	1,63 ^f ± 0,05	9,74 ^h ± 0,12	80,5 ^d ± 0,19	9,88 ^h ± 0,13
PE1	82,7 ^d ± 0,17	1,64 ^{ef} ± 0,13	10,37 ^{fg} ± 0,59	81,0 ^c ± 0,18	10,49 ^{fg} ± 0,60
PE2	85,3 ^b ± 0,31	1,56 ^f ± 0,09	10,02 ^{gh} ± 0,26	81,2 ^c ± 0,30	10,14 ^{gh} ± 0,27
PS1	83,8 ^c ± 0,24	1,31 ^g ± 0,03	9,95 ^{gh} ± 0,14	82,5 ^a ± 0,09	10,03 ^{gh} ± 0,14
PS2	83,7 ^c ± 0,32	2,24 ^c ± 0,05	12,30 ^c ± 0,02	79,7 ^e ± 0,19	12,50 ^c ± 0,03
PP1	83,8 ^c ± 0,03	1,63 ^{ef} ± 0,02	11,03 ^e ± 0,12	81,6 ^b ± 0,02	11,15 ^e ± 0,12
PP2	84,9 ^b ± 0,06	1,83 ^{de} ± 0,15	11,71 ^d ± 0,35	81,1 ^c ± 0,44	11,85 ^d ± 0,37
PC1	85,1 ^b ± 1,03	1,85 ^d ± 0,20	10,72 ^{ef} ± 0,84	80,2 ^d ± 0,31	10,88 ^{ef} ± 0,86
PC2	75,1 ^f ± 0,90	6,19 ^a ± 0,40	23,24 ^a ± 0,40	75,1 ^g ± 0,69	24,06 ^a ± 0,49
PC3	77,7 ^e ± 0,76	4,02 ^b ± 0,21	20,95 ^b ± 0,12	79,2 ^f ± 0,50	21,34 ^b ± 0,15

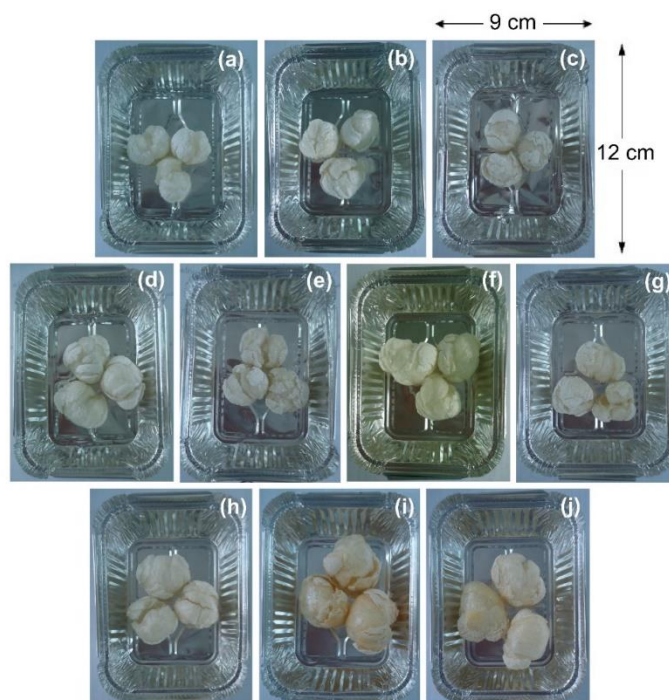
Nota: Valores seguidos de letras diferentes na mesma coluna indicam diferença significativa a $p < 0,05$ (Fisher). AM: amido de mandioca nativo; PE1, PS1, PP1: polvilhos azedos provenientes da fermentação 1, secos em estufa, secador solar e ao sol sem proteção, respectivamente; PE2, PS2, PP2: polvilhos azedos provenientes da fermentação 2, secos em estufa, secador solar e ao sol sem proteção, respectivamente; PC1, PC2, PC3: polvilho azedo comercial das marcas 1, 2 e 3, respectivamente.

Tabela 17 – Cor das matérias-primas utilizadas nos biscoitos.

Amostra	L*	a*	b*	h°	C*
AM	94,7 ^d ± 0,02	0,38 ^b ± 0,00	2,96 ^g ± 0,01	82,6 ^f ± 0,06	2,98 ^e ± 0,01
PE1	94,3 ^e ± 0,06	0,22 ^f ± 0,01	3,07 ^f ± 0,03	85,9 ^c ± 0,20	3,08 ^d ± 0,03
PE2	95,5 ^b ± 0,30	0,23 ^{ef} ± 0,02	2,88 ^h ± 0,10	85,4 ^d ± 0,32	2,88 ^f ± 0,10
PS1	93,9 ^f ± 0,06	0,15 ^g ± 0,01	3,29 ^{de} ± 0,02	87,3 ^b ± 0,13	3,29 ^c ± 0,02
PS2	95,2 ^c ± 0,06	0,24 ^e ± 0,01	2,91 ^{gh} ± 0,03	85,2 ^d ± 0,14	2,92 ^f ± 0,03
PP1	94,3 ^e ± 0,03	0,30 ^d ± 0,01	3,33 ^{cd} ± 0,01	84,9 ^e ± 0,08	3,34 ^b ± 0,01
PP2	95,9 ^a ± 0,04	0,30 ^d ± 0,01	3,25 ^e ± 0,01	84,8 ^e ± 0,13	3,26 ^c ± 0,01
PC1	93,9 ^f ± 0,08	0,32 ^c ± 0,03	3,72 ^{bc} ± 0,02	84,7 ^e ± 0,44	3,38 ^b ± 0,02
PC2	92,7 ^g ± 0,02	0,67 ^a ± 0,01	5,32 ^a ± 0,00	82,8 ^f ± 0,08	5,36 ^a ± 0,00
PC3	94,0 ^f ± 0,05	-0,03 ^h ± 0,02	3,38 ^b ± 0,04	89,6 ^a ± 0,28	3,38 ^b ± 0,04

Nota: Valores seguidos de letras diferentes na mesma coluna indicam diferença significativa a $p < 0,05$ (Fisher). AM: amido de mandioca nativo; PE1, PS1, PP1: polvilhos azedos provenientes da fermentação 1, secos em estufa, secador solar e ao sol sem proteção, respectivamente; PE2, PS2, PP2: polvilhos azedos provenientes da fermentação 2, secos em estufa, secador solar e ao sol sem proteção, respectivamente; PC1, PC2, PC3: polvilho azedo comercial das marcas 1, 2 e 3, respectivamente.

Figura 19 – Coloração das amostras em relação à propriedade de expansão.



Nota: AM – amido de mandioca nativo (a), PE1 – polvilho azedo seco em estufa da fermentação 1 (b), PE2 – polvilho azedo seco em estufa da fermentação 2 (c), PS1 – polvilho azedo seco no secador solar da fermentação 1 (d), PS2 – polvilho azedo seco no secador solar da fermentação 2 (e), PP1 – polvilho azedo seco ao sol sem proteção da fermentação 1 (f), PP2 – polvilho azedo seco ao sol sem proteção da fermentação 2 (g), PC1 – polvilho azedo comercial da marca 1 (h), PC2 – polvilho azedo comercial da marca 2 (i) e PC3 – polvilho azedo comercial da marca 3 (j).

Em relação aos biscoitos elaborados na análise de expansão, foi observado que o biscoito feito com AM obteve maior luminosidade, ou seja, foi o mais claro, enquanto os biscoitos elaborados com PC2 e PC3 foram os mais escuros. Para os parâmetros a^* e b^* , observamos que os biscoitos elaborados com os polvilhos comerciais PC2 e PC3 foram os que mais se aproximaram da cor vermelha e amarela, respectivamente. Isso comprova que eles eram os biscoitos mais escuros após o assamento, conforme a Figura 19, com maiores valores de intensidade da cor ($>C^*$).

Em relação aos amidos utilizados na elaboração dos biscoitos, o alto grau de luminosidade, L^* , é considerado um parâmetro de qualidade. Foi observada a mesma tendência de menor luminosidade para PC1, PC2, PC3 e PS1, diferenciando o PP2 com maior luminosidade e não AM, como no caso anterior. Uma menor luminosidade pode estar relacionada ao recolhimento dos polvilhos com alta umidade durante a secagem ou à exposição ao sol mais prolongada

para atingir a umidade adequada, fato ocorrido com PS1. Observamos que os polvilhos comerciais PC2 e PC3 foram os que mais se aproximaram da cor amarela ($>b^*$), também com maiores intensidades da cor ($>C^*$), sendo que PC3 apresentou maior tonalidade ($>h^\circ$) que PC2. A secagem solar forneceu um maior valor de b^* e de C^* em comparação à secagem em estufa, fato também observado por Díaz et al. (2018). Esse incremento na cor amarelada pode ser atribuído à oxidação do amido devido à exposição à radiação ultravioleta. Para o parâmetro a^* , apenas o PC2 se aproximou mais da cor vermelha, seguido por AM, também com menores valores de h° . A amostra PC2 apresentou os maiores valores de amarelo ($>b^*$), vermelho ($>a^*$) e croma ($>C^*$), podendo indicar a presença de sujidades ou alguma alteração físico-química, sofrida durante o processamento do polvilho azedo.

A variação nos valores de L^* , a^* , b^* , h° e C^* para o amido de mandioca nativo e polvilhos azedos foi de 92,7 a 95,9; -0,03 a 0,67; 2,88 a 5,32; 82,6 a 89,6 e 2,88 a 5,36, respectivamente. Os resultados corroboraram com dados de L^* , a^* e b^* da literatura de 93,1 a 97,1; -0,24 a 1,22 e 3,56 a 7,40, respectivamente (MADEIRA, 2017). Como os valores de luminosidade são altos, acima de 90, pode-se afirmar que os resultados encontrados para cor dos amidos confirmam produtos brancos.

5.8.3 Concentração de amilose

A amilose desempenha um papel importante nas propriedades de pasta, poder de intumescimento e tendência a retrogradação dos amidos. O alto teor de amilose limita o inchamento e o empastamento dos grânulos e sugere uma maior tendência a retrogradação (ONITILO et al., 2007; ROCHA; DEMIATE; FRANCO, 2008; SINGH et al., 2003). Sendo um dos componentes responsáveis pela estrutura do grânulo, é de grande importância quantificá-la para compreender o comportamento do amido.

As amostras analisadas não apresentaram diferenças significativas, Tabela 18, corroborando com Díaz et al. (2018), que observaram uma variação de 15 a 25 % entre amidos nativos e polvilhos azedos. Portanto, o teor de amilose

não permite diferenciar polvilhos azedos e doces, pois não é influenciado por diferentes tratamentos (FRANCO et al., 2010).

Tabela 18 – Concentração de amilose nos produtos amiláceos.

Amostras	Amilose (%)
AM	25,2 ± 0,2
PE1	24,7 ± 0,5
PE2	26,1 ± 1,1
PS1	26,1 ± 2,0
PS2	25,7 ± 0,6
PP1	24,3 ± 0,3
PP2	26,0 ± 0,5

Nota: Valores seguidos de letras diferentes na mesma coluna indicam diferença significativa a $p < 0,05$ (Fisher). AM: amido de mandioca nativo; PE1, PS1, PP1: polvilhos azedos provenientes da fermentação 1, secos em estufa, secador solar e ao sol sem proteção, respectivamente; PE2, PS2, PP2: polvilhos azedos provenientes da fermentação 2, secos em estufa, secador solar e ao sol sem proteção, respectivamente.

Segundo Rickard; Asaoka e Blanshard (1991), o teor de amilose pode variar de 13,6 a 23,8 % para amidos de mandioca. O teor de amilose encontrado por Freitas et al. (2004) foi de 23,0 % (amido nativo); Alvarado et al. (2013) de 15,7 a 21,7 % (amidos nativo); Alonso-Gomez et al. (2016) de 20,2 % (polvilho azedo); Garcia et al. (2016) de 17,8 a 21,0 % (polvilho azedo); Onitilo et al. (2007) de 20,0-20,5 e 17,8-26,4 % (amido nativo e polvilho azedo); Rebouças et al. (2016) de 20,4 e 19,9 % (amido nativo e polvilho azedo); e Monteiro et al. (2016) de 18,0 % (amido nativo e polvilho azedo). A variação nos valores encontrados pelos autores pode estar relacionada a diferenças na idade e variedade das raízes de mandioca, tempo de plantio, diferença na biossíntese do amido em diferentes altitudes em que são cultivadas, diferenças nas atividades enzimáticas podendo estar relacionadas às diferenças de temperatura, diversidade genética (ALVARADO et al., 2013), bem como aos diferentes métodos empregados na análise de amilose. Além disso, os amidos que contêm amilopectina com longas cadeias ramificadas causam superestimação do teor de amilose quando determinado pela titulação do iodo ou pelo método do valor azul, porque as longas cadeias da amilopectina também podem formar um complexo helicoidal com iodo (JANE et al., 1999).

Alvarado et al. (2013) observaram uma relação entre o teor de amilose e a expansão em produtos panificados. Quanto menor a concentração de amilose, maior a capacidade de expansão, podendo estar relacionado com a formação de menos complexos amilose-lipídeos em amidos com baixo teor de amilose. Nas amostras em estudo, foram observados teores de amilose maiores que os citados pela literatura e valores de expansão relativamente baixos.

5.8.4 Sinérese de géis de amido após ciclos de congelamento-descongelamento

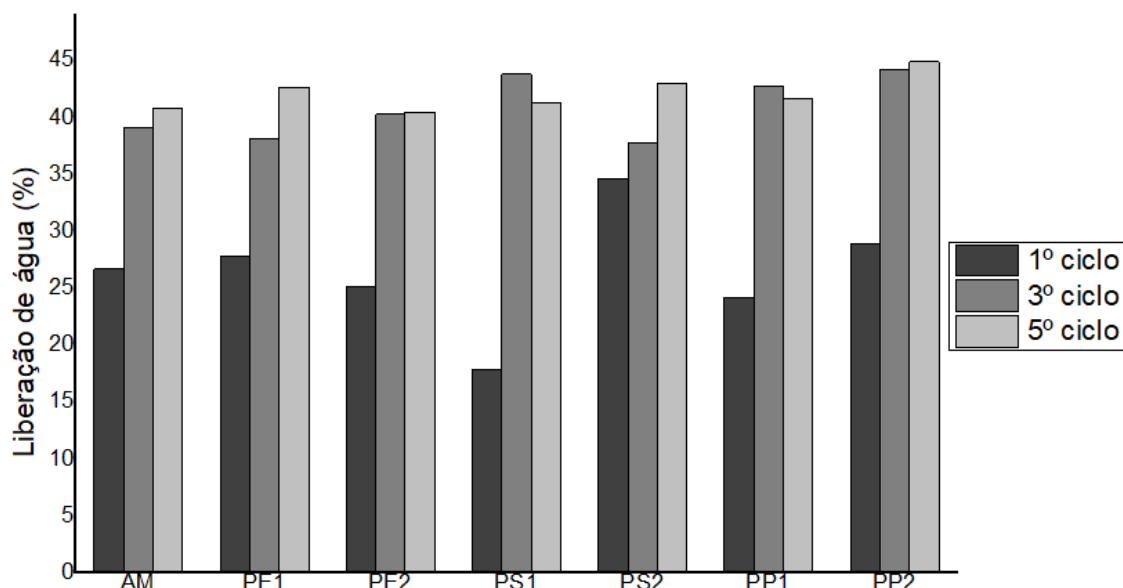
As pastas formadas durante a gelatinização do amido sofrem transformações durante o resfriamento e armazenamento, pois não são estáveis. Com a formação de uma estrutura mais ordenada, as moléculas de amido são rearranjadas liberando água, fenômeno conhecido como sinérese (ATWELL; HOOD; LINEBACK, 1998). A fabricação de produtos congelados é uma das aplicações do polvilho azedo em indústrias de alimentos. Portanto, é de suma importância avaliar o comportamento do gel referente à sinérese e condições de estresse de congelamento-descongelamento, pois a liberação de água é prejudicial à qualidade do produto final.

Aplevicz e Demiate (2007) e Demiate e Kotovicz (2011) observaram maior liberação de água para polvilhos azedos em comparação com amidos nativos de mandioca. Entretanto, neste trabalho, as amostras analisadas não apresentaram diferenças significativas entre si, diferindo apenas no decorrer dos ciclos de congelamento-descongelamento (Figura 20).

Como esperado, a liberação de água aumentou significativamente entre o primeiro e o terceiro ciclos de congelamento-descongelamento, fato também observado por Takizawa et al. (2004) e Yangcheng et al. (2016), para diversos tipos de amidos. Esse aumento também ocorreu entre o terceiro e o quinto ciclos de congelamento-descongelamento para quase todas as amostras, ou seja, quanto maior a quantidade de ciclos de congelamento-descongelamento, maior a liberação de água das amostras. Esse aumento na liberação de água decorre devido à separação de fases na pasta de amido, formada pelo ato de congelar-descongelar. Uma fase é rica e outra deficiente em amido, e a cada novo ciclo

de congelamento-descongelamento ocorre um aumento na concentração de moléculas de amilopectina retrogradadas na fase aquosa rica em amido, acarretando em liberação de água (MATSUGUMA et al., 2009).

Figura 20 – Sinérese dos produtos amiláceos.



Nota: AM – amido de mandioca nativo; PE1, PS1, PP1 – polvilhos azedos provenientes da fermentação 1, secos em estufa, secador solar e ao sol sem proteção, respectivamente; PE2, PS2, PP2 – polvilhos azedos provenientes da fermentação 2, secos em estufa, secador solar e ao sol sem proteção, respectivamente; PC1, PC2, PC3 – polvilho azedo comercial das marcas 1, 2 e 3, respectivamente.

Os géis de amido apresentaram uma variação da liberação de água de 17,9-34,6; 37,7-44,2 e 40,4-44,9 % para o primeiro, terceiro e quinto ciclos de congelamento-descongelamento, respectivamente. Ao estudar a sinérese de polvilhos azedos Demiate e Kotovicz (2011) encontraram valores de liberação de água de 1,5-6,5; 1,6-13,2 e 4,4-24,9 % para três ciclos de 72 h. Para o amido de mandioca nativo, Takizawa et al. (2004) não observaram liberação de água em dois ciclos de 24 h. Os valores encontrados no presente trabalho são maiores que os citados na literatura, pois a metodologia utilizando micro centrífuga emprega uma força gravitacional elevada, condição mais drástica que as descritas nas metodologias dos trabalhos anteriores.

O amido de mandioca nativo é conhecido por sua resistência à retrogradação e sinérese. Os amidos do presente trabalho não apresentam boa estabilidade, pois os valores de liberação de água são maiores que 15 %, entretanto, ainda são considerados estáveis de acordo com Yangcheng et al. (2016), que predizem a perda da estabilidade ao atingir 50 % de liberação de água. Em muitas aplicações alimentares essa característica torna-se indesejável.

Um maior valor de sinérese pode ser atribuído à associação das macromoléculas, particularmente da amilose, devido à sua estrutura linear e reforçado pelas cadeias de amilopectina. A tendência à retrogradação das pastas de amido depende da concentração e massa molecular da amilose (KARIM; NORZIAH; SEOW, 2000). Nesse caso, não foi observada diferença significativa nas amostras em relação à sinérese e teor de amilose.

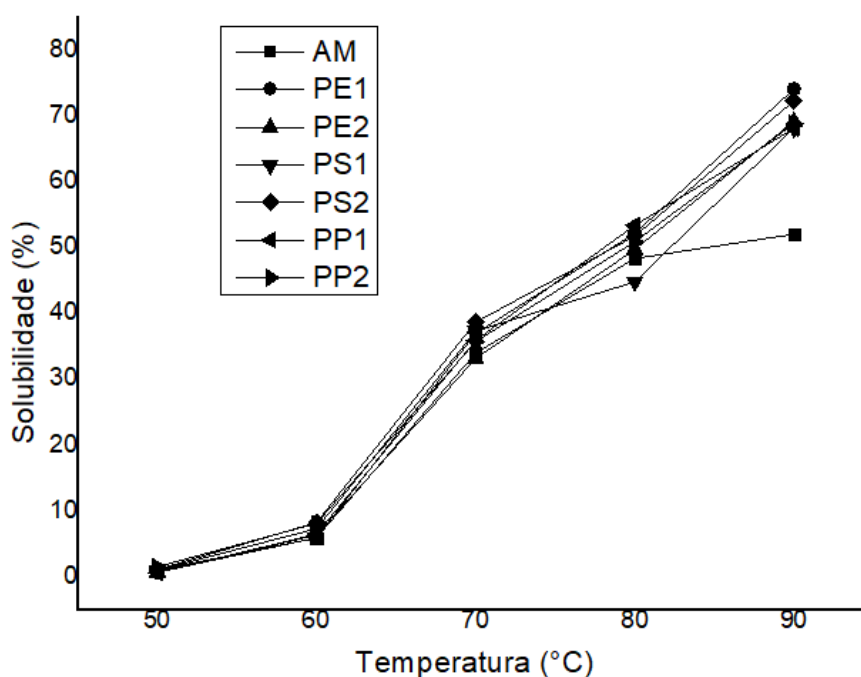
5.8.5 Solubilidade e poder de intumescimento

A solubilidade e o poder de intumescimento das amostras analisadas aumentaram com o aumento da temperatura, conforme esperado, devido ao aquecimento dos grânulos de amido sob excesso de água. Quando ocorre esse aquecimento, a estrutura cristalina dos grânulos de amido é rompida devido a ruptura das ligações de hidrogênio. Assim, as moléculas de água são ligadas por ligações de hidrogênio aos grupos hidroxilas expostos da amilose e amilopectina, causando um aumento no inchamento e na solubilidade dos grânulos (HOOVER, 2001).

A análise de solubilidade mede o grau total de degradação do grânulo de amido. Os valores máximos, 52,0-69,3 %, foram observados na temperatura de 90 °C, devido à completa gelatinização dos grânulos, e os valores 44,8-53,4; 33,1-38,6; 6,0-8,3 e 0,6-1,5 % nas temperaturas de 80, 70, 60 e 50 °C, respectivamente (Figura 21). Os resultados de solubilidade corroboram com amostras de polvilho azedo de Demiate e Kotovicz (2011), com variação de 1,0-43,9 e 3,1-81,6 %, entre 50 e 90 °C, respectivamente. Valores de 0,2 e 0,6 % foram encontrados para amido de mandioca nativo e polvilho azedo,

respectivamente, por Rebouças et al. (2016), na temperatura de 30 °C. Silva et al. (2006) encontraram valores de 0,6 a 100,0 % em amostra de amido de mandioca nativo, valores superiores aos encontrados no presente trabalho.

Figura 21 – Solubilidade dos produtos amiláceos.



Nota: AM – amido de mandioca nativo; PE1, PS1, PP1 – polvilhos azedos provenientes da fermentação 1, secos em estufa, secador solar e ao sol sem proteção, respectivamente; PE2, PS2, PP2 – polvilhos azedos provenientes da fermentação 2, secos em estufa, secador solar e ao sol sem proteção, respectivamente; PC1, PC2, PC3 – polvilho azedo comercial das marcas 1, 2 e 3, respectivamente.

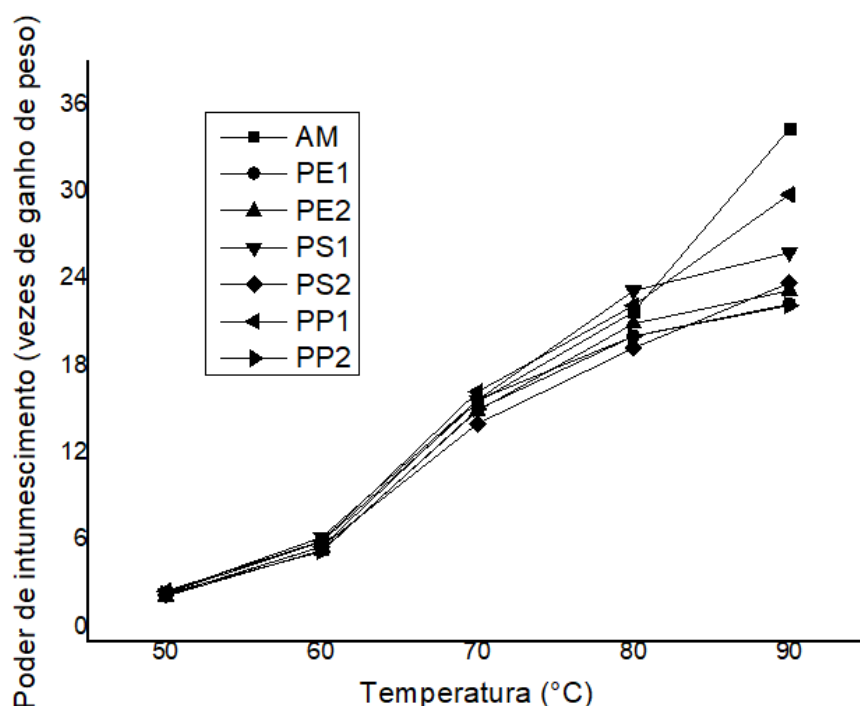
Estudos mostram que o amido de mandioca nativo apresenta menor solubilidade que o polvilho azedo, devido à presença de amilose não solubilizada na região cristalina do grânulo nativo, enquanto a amilose do amido fermentado já é parcialmente liberada (GOMES; SILVA; RICARDO, 2005). E também devido a fermentação provocar o enfraquecimento das forças associativas (ligações de hidrogênio) que mantêm os grânulos de amido intactos, aumentando assim a solubilidade e o poder de intumescimento (ASCHERI; VILELA, 1995). Como era esperado, o valor encontrado para o amido nativo (52 %) foi inferior aqueles das

amostras de polvilho azedo (média de 70 %) a 90 °C, entretanto, a diferença não foi significativa ($p > 0,05$).

O poder de intumescimento está relacionado ao grau de inchaço do amido. Com o aumento da temperatura, foi observado um aumento no poder de intumescimento (Figura 22). Esse fato sugere que os amidos apresentam fácil penetração de água devido a forças associativas internas frágeis para manter a estrutura do grânulo. Em contrapartida, uma maior força de interação molecular nos grânulos de amido resulta em maior dificuldade de penetração da água e, conseqüentemente, menor poder de intumescimento dos grânulos (PERONI; ROCHA; FRANCO, 2006). O poder de intumescimento está mais associado com a estrutura do grânulo e com sua composição química, particularmente o teor de amilose e lipídeos, do que com o tamanho dos grânulos (LINDEBOOM; CHANG; TYLER, 2004). Nesse caso, o amido nativo e os polvilhos azedos apresentaram conteúdos de amilose e lipídeos semelhantes, adquirindo também um comportamento similar no poder de intumescimento.

As variações nos valores foram de 2,1-2,5; 5,2-6,2; 14,0-16,2; 19,2-23,2 e 22,2-34,3 vezes de ganho de peso em relação à massa de amostra inicial para as temperaturas de 50, 60, 70, 80 e 90 °C, respectivamente. Ladeira e Pena (2011) também observaram um aumento significativo na temperatura de 70 °C, ou seja, temperatura em que se observa o início da gelatinização. Rebouças et al. (2016) encontraram 2,0 e 2,1 vezes para amido de mandioca nativo e polvilho azedo, respectivamente, na temperatura de 30 °C. Esses valores podem ser comparados aos encontrados nesse trabalho a 50 °C, pois nessas temperaturas ainda não se iniciou o processo de gelatinização do amido. Mestres et al. (2000) estudaram o poder de intumescimento a 75 °C para polvilhos azedos fermentados a 35 °C, e obtiveram valores de 20,5 e 20,7 vezes, próximos aos encontrados neste trabalho em 80 e 90 °C.

Figura 22 – Poder de intumescimento dos produtos amiláceos.



Nota: AM – amido de mandioca nativo; PE1, PS1, PP1 – polvilhos azedos provenientes da fermentação 1, secos em estufa, secador solar e ao sol sem proteção, respectivamente; PE2, PS2, PP2 – polvilhos azedos provenientes da fermentação 2, secos em estufa, secador solar e ao sol sem proteção, respectivamente; PC1, PC2, PC3 – polvilho azedo comercial das marcas 1, 2 e 3, respectivamente.

O alto teor de amilose, assim como a presença de maior ou menor número de ligações intermoleculares, limita o inchamento dos grânulos (ONITILO et al., 2007; ROCHA; DEMIATE; FRANCO, 2008; SINGH et al., 2003). O poder de intumescimento encontrado pode ser explicado pelo teor de amilose dos amidos estudados ser maior que os citados pela literatura.

5.8.6 Propriedades de pasta

Para avaliar a qualidade de polvilhos azedos é importante conhecer sua propriedade de pasta, já que a fluidez pode interferir em equipamentos que podem ser utilizados em linhas de produção, durante a formulação de produtos. É possível observar, através dos viscoamilogramas apresentados nas Figuras

23 a 29 e na Tabela 19, que a mudança no pH alterou o comportamento viscoamilográfico das amostras. Todas as amostras apresentaram um decréscimo nos picos de viscosidade com a utilização da solução tampão acetato pH 6,0, com exceção de AM, onde esse decréscimo não foi significativo. As curvas viscoamilográficas são caracterizadas por um rápido incremento da viscosidade, atingindo a viscosidade máxima, viscosidade de pico, seguido de uma queda acentuada (COPELAND et al., 2009).

Os picos de viscosidade do AM apresentaram comportamento similar para todos os solventes, sem diferença significativa, variando de 1812 a 1978 cP (Figura 23). Demiate et al. (2005) encontraram comportamentos semelhantes na viscosidade de amido de mandioca nativo e acidificado com ácido láctico 1 % seco em estufa, mesmo variando o pH das soluções. O resultado contradiz com o encontrado para PE1 e PE2, que apresentaram diferença significativa entre os solventes (Figuras 24 e 25). Esse fato sugere que o decréscimo nos picos de viscosidade para maiores valores de pH pode não ser apenas decorrência da ação da radiação ultravioleta, conforme apontado por Demiate et al. (2005). Como as amostras secas em estufa apresentaram essa diferença nos picos de viscosidade ao variar o pH, pode ser que isso ocorra também devido à ação dos ácidos orgânicos e/ou da atividade enzimática provenientes da fermentação. Matsuguma et al. (2009), ao estudarem o comportamento reológico de pastas de amidos de mandioquinha-salsa nativos e modificados por tratamentos oxidativos, utilizaram os solventes água destilada, tampão acetato pH 4,0 e tampão fosfato pH 7,0. Eles observaram o mesmo comportamento nos picos de viscosidade utilizando água e tampão acetato pH 4,0, portanto uma diferença no tampão fosfato pH 7,0. Em pH 7,0, os amidos nativos apresentaram um aumento no pico de viscosidade, enquanto os modificados um decréscimo. Mestres et al. (2000) observaram um comportamento similar com os tampões pH 4,0 e 7,0 para farinha de milho *ogi*. Entretanto, para amido de mandioca, a viscosidade da pasta diminuiu com o aumento do pH, especialmente para as amostras secas ao sol. As diferenças entre os amidos de diferentes fontes estão relacionadas ao peso molecular das cadeias de amilose e amilopectina e ao teor de amilose (MATSUGUMA et al., 2009).

Figura 23 – Curvas RVA para o amido de mandioca nativo (AM) com os solventes água, solução tampão acetato pH 4,0 e 6,0.

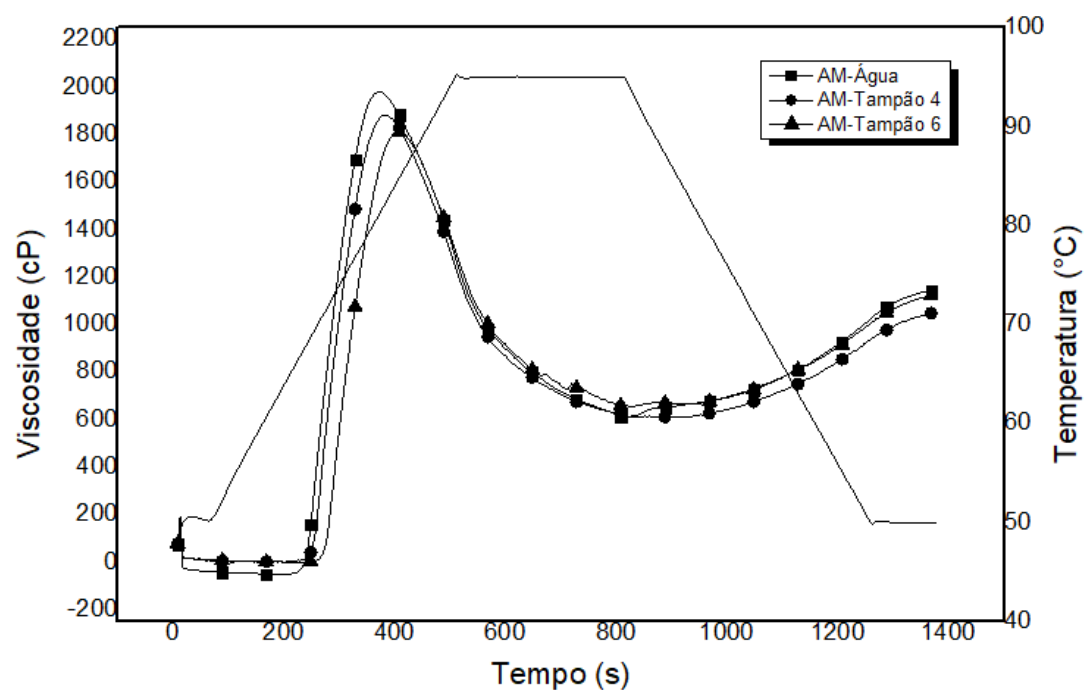


Figura 24 – Curvas RVA para o polvilho azedo seco em estufa, obtido pela Fermentação 1 (PE1), com os solventes água, solução tampão acetato pH 4,0 e 6,0.

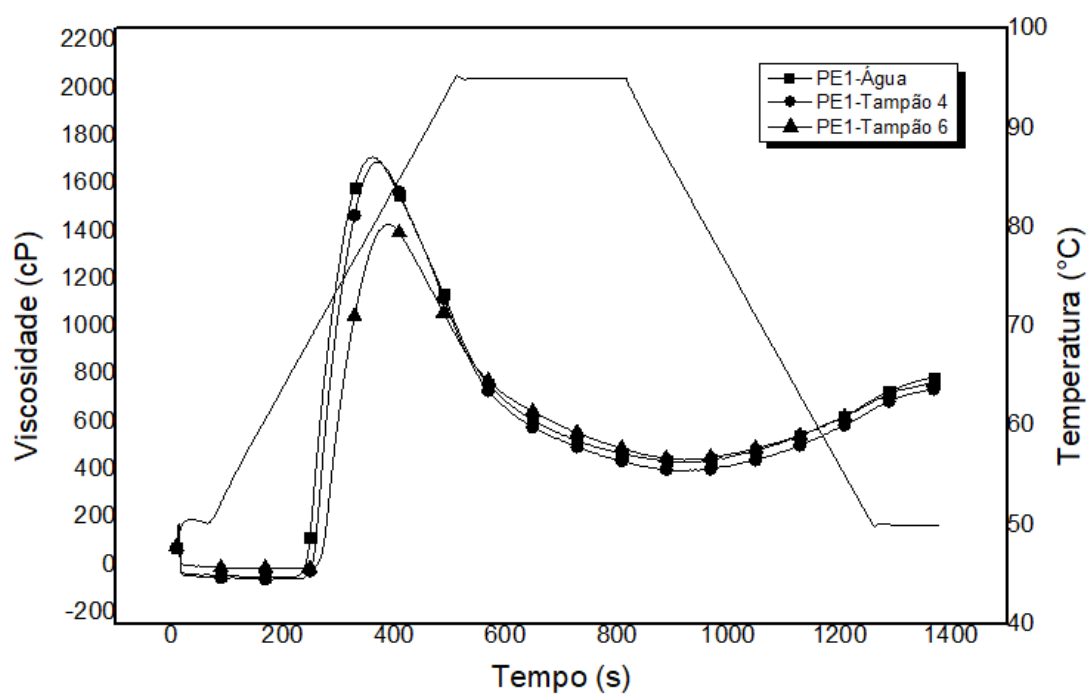


Figura 25 – Curvas RVA para o polvilho azedo seco em estufa, obtido pela Fermentação 2 (PE2), com os solventes água, solução tampão acetato pH 4,0 e 6,0.

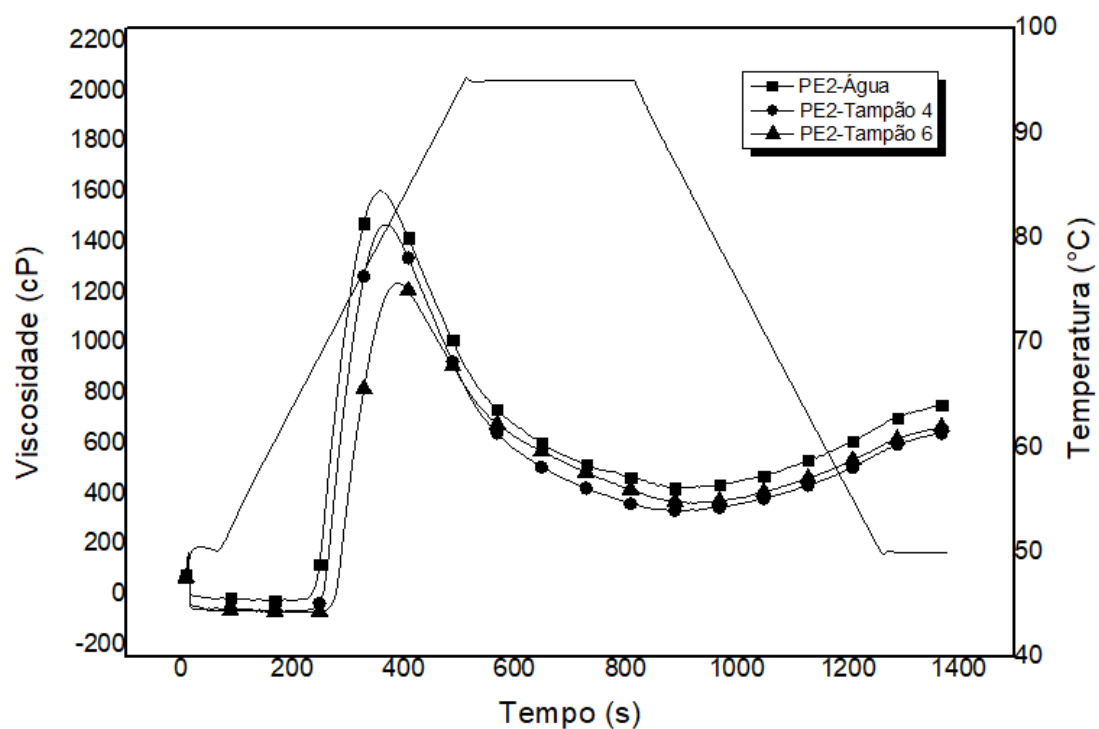


Figura 26 – Curvas RVA para o polvilho azedo seco no secador solar, obtido pela Fermentação 1 (PS1), com os solventes água, solução tampão acetato pH 4,0 e 6,0.

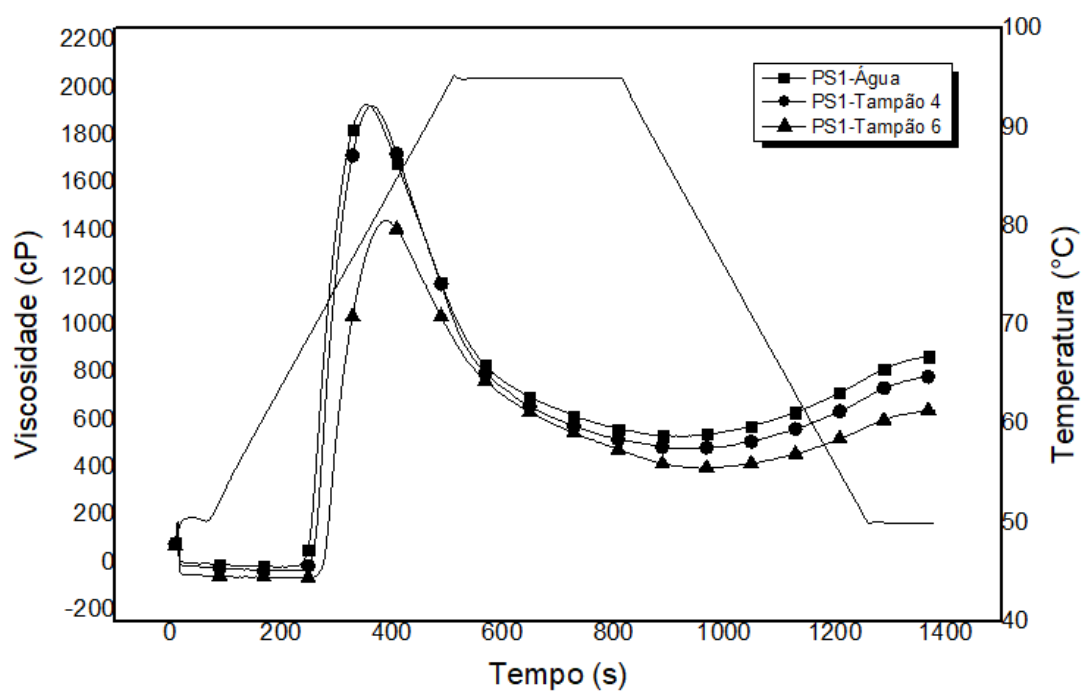


Figura 27 – Curvas RVA para o polvilho azedo seco no secador solar, obtido pela Fermentação 2 (PS2), com os solventes água, solução tampão acetato pH 4,0 e 6,0.

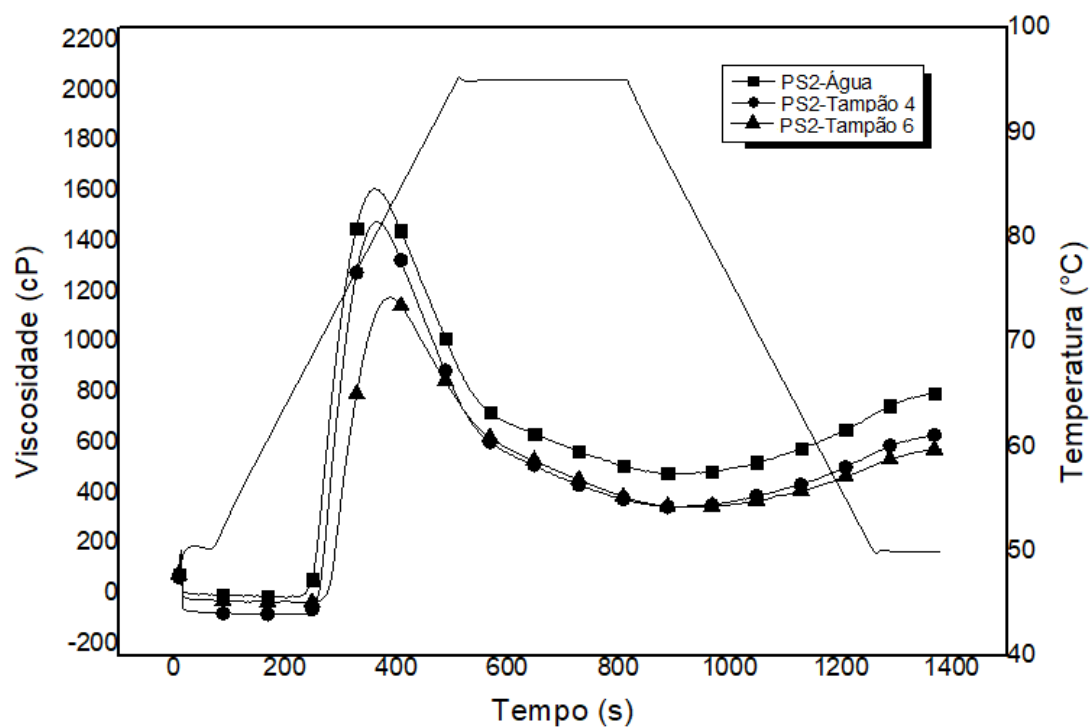


Figura 28 – Curvas RVA para o polvilho azedo seco ao sol sem proteção, obtido pela Fermentação 1 (PP1), com os solventes água, solução tampão acetato pH 4,0 e 6,0.

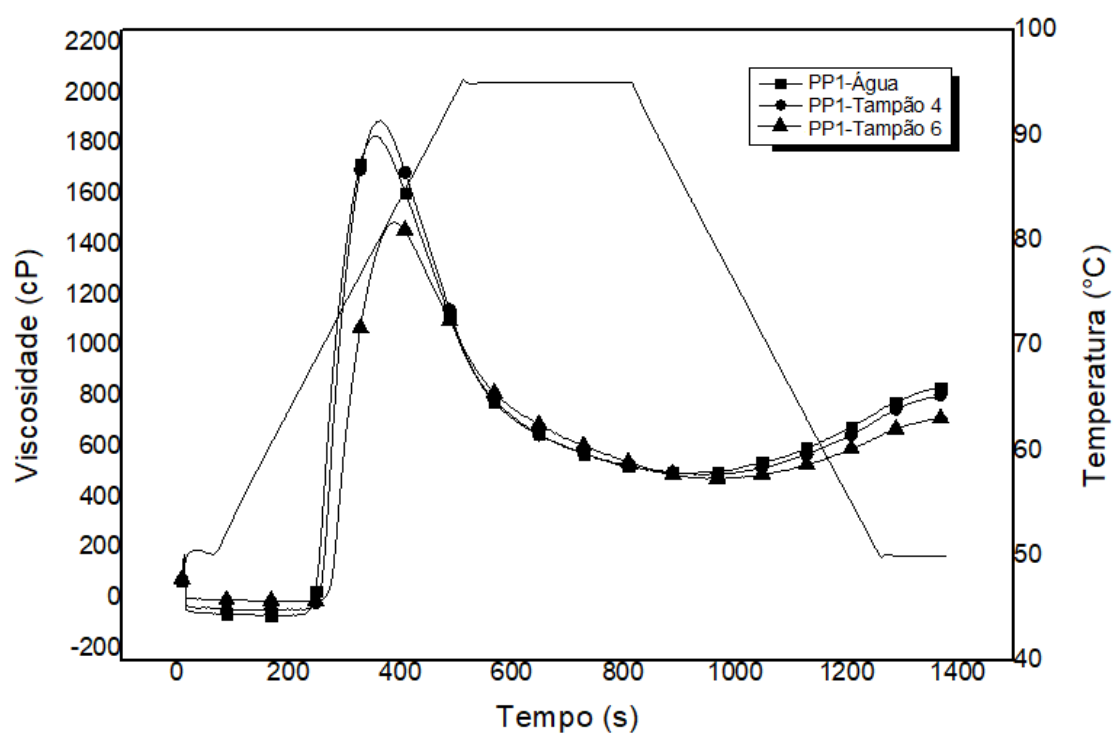
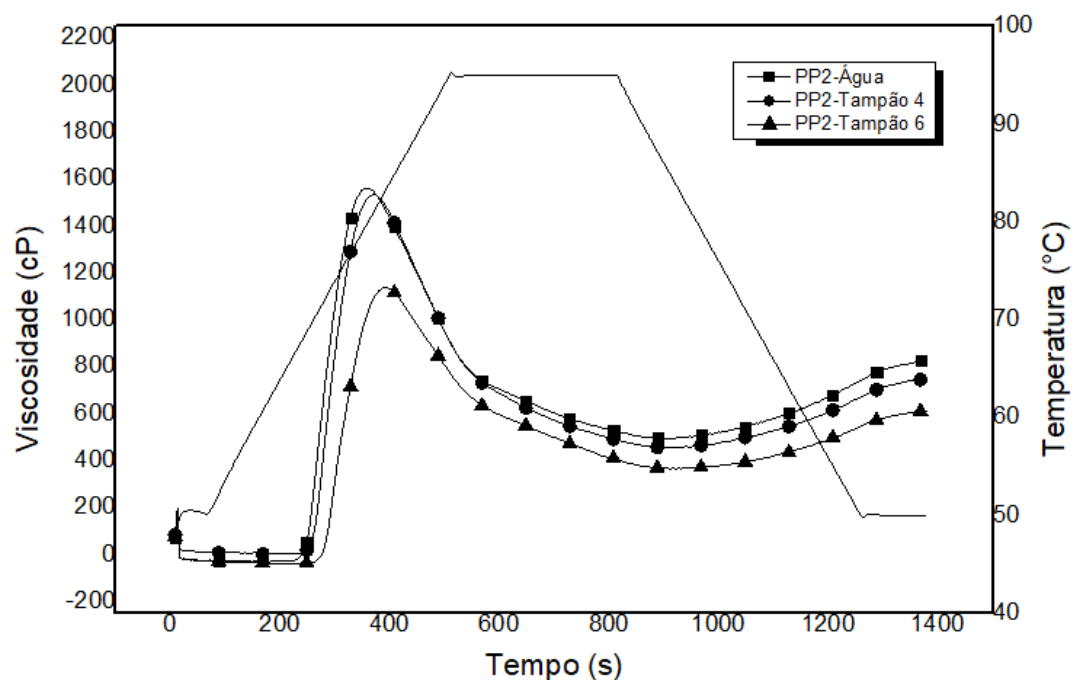


Figura 29 – Curvas RVA para o polvilho azedo seco ao sol sem proteção, obtido pela Fermentação 2 (PP2), com os solventes água, solução tampão acetato pH 4,0 e 6,0.



As curvas RVA das amostras PE1, PS1, PP1 e PP2 não apresentam diferença significativa ($p > 0,05$) entre os picos de viscosidade dos solventes água e tampão acetato pH 4,0, sendo observada apenas nas amostras PE2 e PS2. Entretanto, apenas com exceção de AM, ocorre um decréscimo considerável na viscosidade, com diferença significativa, utilizando o tampão acetato pH 6,0. O mesmo comportamento foi observado por Demiate et al. (2005) em amostras de polvilho azedo comercial e amido acidificado com ácido láctico 1 % e seco ao sol, portanto, com valores menores.

Esse comportamento em que a viscosidade diminui em maiores valores de pH ocorre em polvilhos azedos secos ao sol ou em estufa, amidos acidificados secos ao sol e amidos oxidados quimicamente. A semelhança entre esses amidos é a modificação química que ocorre em sua estrutura, a oxidação. A oxidação promove a degradação parcial macromolecular do amido e é responsável por gerar grupos carbonilas e carboxilas. Uma possível explicação é que, como os grupos carboxilas podem ser carregados ou não, quando estão carregados negativamente, apresentam um comportamento polieletrólítico (DEMIATE et al., 2005).

Tabela 19 – Propriedades viscoamilográficas dos produtos amiláceos, obtidas a partir das curvas RVA.

Amostra	Viscosidade de pico (cP)	Viscosidade mínima (cP)	Breakdown (cP)	Viscosidade final (cP)	Setback (cP)	Tempo de pico (min)	Temperatura de pasta (°C)
AM – Água	1978 ± 9	607 ± 1	1371 ± 8	1149 ± 2	542 ± 1	6,1 ^c ± 0,00	67,3 ^c ± 0,21
AM - Tampão 4,0	1884 ± 61	605 ± 57	1279 ± 4	1052 ± 102	447 ± 45	6,4 ^b ± 0,05	68,6 ^b ± 0,25
AM - Tampão 6,0	1812 ± 103	648 ± 17	1164 ± 86	1125 ± 78	477 ± 62	6,7 ^a ± 0,00	70,7 ^a ± 0,04
PE1 – Água	1711 ^a ± 11	429 ^a ± 12	1283 ^a ± 1	785 ^a ± 4	356 ± 8	6,0 ^b ± 0,05	67,3 ^b ± 0,39
PE1 - Tampão 4,0	1690 ^a ± 53	392 ^a ± 13	1298 ^a ± 40	739 ^b ± 7	347 ± 6	6,2 ^b ± 0,05	68,6 ^b ± 0,28
PE1 - Tampão 6,0	1431 ^b ± 66	438 ^b ± 7	993 ^b ± 73	766 ^a ± 8	328 ± 15	6,5 ^a ± 0,14	70,3 ^a ± 0,60
PE2 – Água	1605 ^a ± 44	419 ^a ± 10	1186 ^a ± 34	755 ^a ± 13	336 ± 3	6,0 ^b ± 0,05	67,7 ^c ± 0,25
PE2 - Tampão 4,0	1470 ^b ± 26	332 ^b ± 3	1138 ^a ± 23	643 ^b ± 18	311 ± 16	6,1 ^b ± 0,00	68,7 ^b ± 0,11
PE2 - Tampão 6,0	1238 ^c ± 51	362 ^b ± 18	877 ^b ± 33	666 ^b ± 30	305 ± 12	6,5 ^a ± 0,09	70,7 ^a ± 0,00
PS1 – Água	1928 ^a ± 41	530 ^a ± 11	1399 ^a ± 30	870 ^a ± 11	341 ^a ± 1	5,9 ^c ± 0,00	68,1 ^c ± 0,21
PS1 - Tampão 4,0	1924 ^a ± 37	476 ^b ± 18	1448 ^a ± 18	787 ^b ± 11	311 ^b ± 8	6,0 ^b ± 0,05	69,1 ^b ± 0,04
PS1 - Tampão 6,0	1441 ^b ± 15	396 ^c ± 10	1045 ^b ± 5	642 ^c ± 6	246 ^c ± 4	6,4 ^a ± 0,00	70,9 ^a ± 0,32
PS2 – Água	1613 ^a ± 30	474 ^a ± 18	1139 ^a ± 13	797 ^a ± 39	323 ^a ± 21	6,0 ^b ± 0,00	67,7 ^c ± 0,25
PS2 - Tampão 4,0	1479 ^b ± 52	342 ^b ± 19	1138 ^a ± 33	632 ^b ± 16	291 ^a ± 4	6,1 ^b ± 0,09	68,9 ^b ± 0,32
PS2 - Tampão 6,0	1178 ^c ± 15	342 ^b ± 11	836 ^b ± 4	575 ^b ± 6	233 ^b ± 6	6,5 ^a ± 0,00	71,3 ^a ± 0,32
PP1 – Água	1832 ^a ± 18	491 ± 6	1341 ^b ± 12	839 ^a ± 15	348 ^a ± 9	5,9 ^c ± 0,04	67,8 ^c ± 0,21
PP1 - Tampão 4,0	1891 ^a ± 39	486 ± 39	1405 ^a ± 0	805 ^{ab} ± 47	320 ^b ± 8	6,1 ^b ± 0,00	69,1 ^b ± 0,04
PP1 - Tampão 6,0	1489 ^b ± 17	470 ± 10	1019 ^c ± 7	714 ^b ± 11	244 ^c ± 1	6,5 ^a ± 0,00	70,7 ^a ± 0,00
PP2 – Água	1561 ^a ± 72	492 ± 22	1070 ^a ± 50	829 ^a ± 23	338 ^a ± 1	5,9 ^c ± 0,00	68,1 ^c ± 0,32
PP2 - Tampão 4,0	1533 ^a ± 56	455 ± 57	1078 ^a ± 1	745 ^a ± 58	291 ^b ± 1	6,2 ^b ± 0,00	69,1 ^b ± 0,00
PP2 - Tampão 6,0	1137 ^b ± 30	363 ± 9	774 ^b ± 21	612 ^b ± 13	249 ^c ± 4	6,5 ^a ± 0,04	71,1 ^a ± 0,04

Nota: Valores seguidos de letras diferentes na mesma coluna, para cada amostra, indicam diferença significativa a $p < 0,05$ (Fisher). AM: amido de mandioca nativo; PE1, PS1, PP1: polvilhos azedos provenientes da fermentação 1, secos em estufa, secador solar e ao sol sem proteção, respectivamente; PE2, PS2, PP2: polvilhos azedos provenientes da fermentação 2, secos em estufa, secador solar e ao sol sem proteção, respectivamente.

A amostra de amido nativo apresentou os maiores valores de picos de viscosidade bem como de tendência a retrogradação (*Setback*), comparados aos polvilhos azedos, fato observado também por Alvarado et al. (2013). Isso pode ser explicado devido à ação de enzimas e ácidos orgânicos durante a fermentação, ou pelo fato dos amidos oxidados possuírem tendência ao rearranjo conformacional e não à reassociação das moléculas. A geração de grupos funcionais substituindo os grupos hidroxila limita as ligações acarretando em redução da viscosidade (LAWAL et al., 2005). Esses menores valores de tendência a retrogradação nos polvilhos azedos deve ser explicada pela presença de grupos carboxílicos que são volumosos e dificultam a interação molecular das cadeias de amido, e pela degradação molecular decorrente da oxidação (MATSUGUMA et al., 2009).

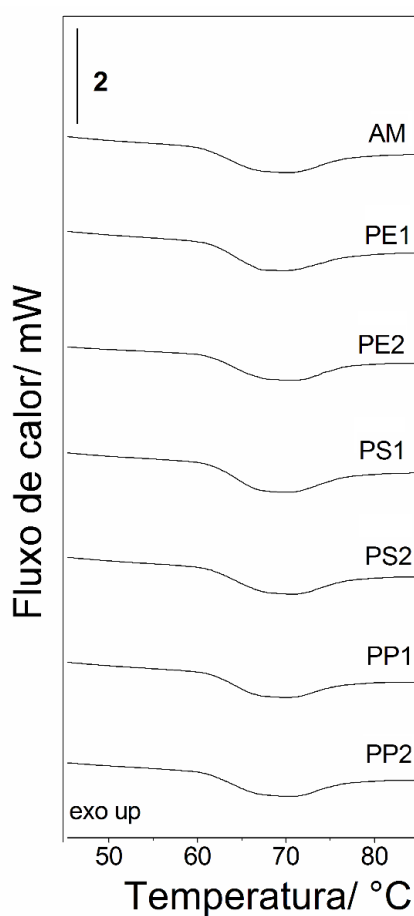
De acordo com a Tabela 19, os produtos da Fermentação 1 resultaram em maiores valores de pico de viscosidade em comparação aos produtos da Fermentação 2. Demiate et al. (2005) relacionaram o menor valor de pH com um maior pico e estabilidade ao cozimento. Portanto, esse fato não foi observado nesse trabalho, pois a amostra PE1, com menor valor de pH (4,52), não apresentou maior pico de viscosidade. Uma possível explicação é que durante a Fermentação 2, o crescimento de bolores na água de fermentação acarretou em produção de enzimas, amilases, que podem afetar a propriedade de pasta, diminuindo os valores de viscosidade.

As propriedades de pasta são afetadas pelos teores de amilose, lipídeos e fósforo, e pela distribuição do comprimento das cadeias laterais de amilopectina. A amilose e lipídeos inibem o inchamento e empastamento dos grânulos, enquanto a amilopectina favorece (JANE et al., 1999). Portanto, como os amidos não apresentaram diferenças em seus teores de amilose e lipídeos, essa não é a razão das diferenças observadas entre eles. Uma possível justificativa para essas variações é a ação da radiação ultravioleta, bem como de enzimas e ácidos orgânicos produzidos durante a fermentação, os quais ocasionam uma oxidação no produto. A oxidação é responsável pela degradação parcial macromolecular do amido e por gerar grupos carboxilas que, por sua vez, podem ser os responsáveis pelas diferenças de viscosidade em pH próximo a neutralidade, conforme citado anteriormente.

5.8.7 Propriedades térmicas de gelatinização

Foi possível verificar, a partir da análise por DSC, a variação de entalpia e as temperaturas de gelatinização das amostras. Todas as amostras analisadas apresentaram o mesmo comportamento (Figura 30).

Figura 30 – Curvas DSC das amostras amiláceas.



Nota: AM – amido de mandioca nativo; PE1, PS1, PP1 – polvilhos azedos provenientes da fermentação 1, secos em estufa, secador solar e ao sol sem proteção, respectivamente; PE2, PS2, PP2 – polvilhos azedos provenientes da fermentação 2, secos em estufa, secador solar e ao sol sem proteção, respectivamente; PC1, PC2, PC3 – polvilho azedo comercial das marcas 1, 2 e 3, respectivamente.

A Tabela 20 apresenta os resultados obtidos por DSC. Ao comparar as temperaturas *onset* de gelatinização (T_0) obtidas por DSC (Tabela 20) e as temperaturas de pasta do RVA (Tabela 19), observa-se que elas apresentam a mesma tendência, entretanto, com diferenças significativas ($p > 0,05$). Os valores de T_0 foram inferiores em todas as amostras analisadas. Essas diferenças são comuns, pois os equipamentos analisam as amostras de maneiras diferentes. A sensibilidade do equipamento RVA detecta os primeiros acréscimos na viscosidade de pasta dos amidos, enquanto o equipamento DSC registra o valor de T_0 apenas quando os grânulos começam a se desorganizar (PÉREZ; BREENE; BAHNASSEY, 1998).

Tabela 20 – Propriedade térmica dos produtos amiláceos.

Amostra	T_0 (°C)	T_P (°C)	T_F (°C)	ΔT (°C)	ΔH (J g ⁻¹)
AM	61,1 ^f ± 0,08	67,9 ^d ± 0,05	77,6 ^c ± 0,8	16,5 ^{bc} ± 0,9	8,4 ^d ± 0,5
PE1	61,9 ^b ± 0,06	67,5 ^e ± 0,11	77,7 ^{bc} ± 0,6	15,8 ^c ± 0,6	8,7 ^{cd} ± 0,4
PE2	61,5 ^d ± 0,03	68,5 ^b ± 0,10	78,4 ^{abc} ± 0,6	16,9 ^{bc} ± 0,6	9,0 ^{cd} ± 0,3
PS1	62,1 ^a ± 0,02	68,4 ^{bc} ± 0,08	79,2 ^a ± 0,4	17,0 ^{ab} ± 0,4	9,7 ^{ab} ± 0,2
PS2	61,3 ^e ± 0,04	68,6 ^b ± 0,16	79,4 ^a ± 0,8	18,1 ^a ± 0,8	9,7 ^{ab} ± 0,5
PP1	61,8 ^c ± 0,05	68,2 ^c ± 0,15	79,1 ^a ± 0,5	17,4 ^{ab} ± 0,6	10,0 ^a ± 0,4
PP2	61,2 ^f ± 0,05	69,1 ^a ± 0,10	78,7 ^{ab} ± 0,2	17,5 ^{ab} ± 0,3	9,3 ^{bc} ± 0,2

Nota: Valores seguidos de letras diferentes na mesma coluna indicam diferença significativa a $p < 0,05$ (Fisher). T_0 : temperatura *onset*; T_P : temperatura de pico; T_F : temperatura final; ΔT : faixa de temperatura; ΔH : entalpia de gelatinização. AM: amido de mandioca nativo; PE1, PS1, PP1: polvilhos azedos provenientes da fermentação 1, secos em estufa, secador solar e ao sol sem proteção, respectivamente; PE2, PS2, PP2: polvilhos azedos provenientes da fermentação 2, secos em estufa, secador solar e ao sol sem proteção, respectivamente.

A amostra AM obteve os menores resultados para T_0 e T_F , com exceção de T_P , onde a amostra PE1 apresentou o menor valor. Ladeira; Pena (2011) e Alonso-Gomez et al. (2016) também encontraram valores superiores para polvilhos azedos, em relação aos seus amidos nativos de origem. Conforme esses autores, pode-se dizer que os polvilhos azedos apresentaram levemente uma maior resistência à gelatinização, devido ao ataque ácido e enzimático em regiões amorfas dos grânulos durante a fermentação. Provocando então uma maior evidência das camadas cristalinas, que são mais resistentes à gelatinização.

A entalpia de gelatinização (ΔH_{gel}) é a quantidade de energia requerida para que ocorra a gelatinização. Fornece informações relacionadas à cristalinidade da amostra e também pode ser considerada um indicador da perda da organização molecular, em função da ruptura de ligações de hidrogênio (VANIER et al., 2012). Os amidos fermentados e secos ao sol (PS1, PS2, PP1 e PP2) tiveram uma ΔH_{gel} maior que o amido nativo (AM) e os amidos fermentados e secos em estufa (PE1 e PE2).

5.8.8 Claridade da pasta

A claridade da pasta de amido é uma propriedade importante na fabricação de alimentos que requerem transparência, como geleias, recheios de tortas, doces de frutas, pudins, sopas e cremes (SONG et al., 2010). É medida pela transmitância da pasta de amido a 650 nm. Seu valor varia consideravelmente de acordo com a origem botânica do amido e pode ser alterada por modificação química dos grânulos.

Os amidos apresentaram coloração branco-opaca, o que pode estar associado ao comportamento distinto durante a gelatinização ou a intensa reassociação entre as cadeias (APLEVICZ; DEMIATE, 2007). As pastas com menor claridade são pastas mais opacas com grânulos menos inchados e mais difíceis de cozinhar (DEMIATE; KOTOVICZ, 2011). A transmitância dos produtos amiláceos está demonstrada na Tabela 21.

A oxidação do amido resulta em pastas transparentes (MATSUGUMA et al., 2009). Como foram encontrados os valores de 35,9-39,9 e 29,8 % para os amidos fermentados e amido nativo, respectivamente, foi observada a tendência do polvilho azedo em apresentar um maior valor de transmitância comparado ao amido nativo, corroborando com a literatura (APLEVICZ; DEMIATE, 2007; DEMIATE; KOTOVICZ, 2011).

Tabela 21 – Transmitância a 650 nm dos produtos amiláceos.

Amostras	Transmitância (%)
AM	29,8 ^c ± 2,6
PE1	38,4 ^{ab} ± 0,9
PE2	35,9 ^b ± 3,0
PS1	38,3 ^{ab} ± 2,5
PS2	39,9 ^a ± 2,6
PP1	37,6 ^{ab} ± 2,9
PP2	38,1 ^{ab} ± 1,4

Nota: Valores seguidos de letras diferentes na mesma coluna indicam diferença significativa a $p < 0,05$ (Fisher). AM: amido de mandioca nativo; PE1, PS1, PP1: polvilhos azedos provenientes da fermentação 1, secos em estufa, secador solar e ao sol sem proteção, respectivamente; PE2, PS2, PP2: polvilhos azedos provenientes da fermentação 2, secos em estufa, secador solar e ao sol sem proteção, respectivamente.

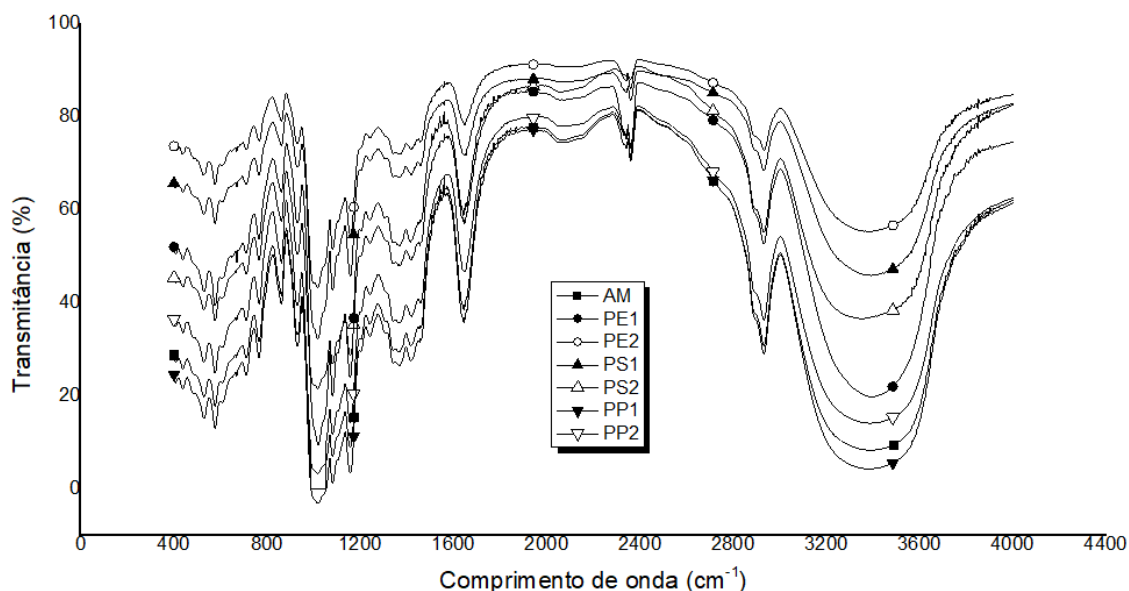
A alta transmitância pode estar relacionada com teores mais baixos de amilose e aos grupos carboxila das moléculas de amido e à despolimerização oxidativa (MATSUGUMA et al., 2009), e também aos menores picos de viscosidade do RVA. Mali et al. (2004) estudaram amidos de mandioca, milho e inhame, e relataram que, além do teor de amilose, a claridade da pasta pode ser explicada pelo menor tamanho de suas cadeias, característica que sugere uma maior facilidade de alinhamento das cadeias lineares. A baixa estabilidade e claridade das soluções de amilose são devidas à fácil reassociação de cadeias lineares através da formação de ligações de hidrogênio.

A alta claridade da pasta é causada pela ausência de excedente de grânulos no gel de amido. As pastas de amido de mandioca também apresentam poucos remanescentes granulares, no entanto, mais interações entre material lixiviado levam a uma maior opacidade desses géis. A baixa claridade de pasta é causada por restos de grânulos inchados e pela presença de complexos lipídicos de amilose. Durante o armazenamento dos géis de amido, a sua claridade da pasta diminui à medida que mais e mais associações de moléculas de amilose e/ou amilopectina ocorrem (WATERSCHOOT et al., 2015).

5.8.9 Espectroscopia na região de infravermelho médio (FTIR)

Espera-se que o polvilho azedo apresente maior teor de carbonilas e carboxilas que o amido nativo, devido à oxidação que ocorre durante o período de fermentação natural e secagem solar. Portanto, como pode ser observado no espectro (Figura 31), os picos de transmitância das amostras foram similares, não sendo possível detectar diferenças visualmente. Não foram observadas as bandas características das carbonilas, 1730 cm^{-1} (FRINGANT; DESBRIÈRES; RINAUDO, 1996), nem das carboxilas aniônicas e ácidas, 1600 e 1730 cm^{-1} , respectivamente. As bandas características das carboxilas aniônicas, 1600 cm^{-1} , não podem ser conclusivas, pois podem estar relacionadas com a água (DEMIATE et al., 2000). Resultados semelhantes foram encontrados por Demiate et al. (2000), Monteiro et al. (2016) e Sumardiono et al. (2018), podendo ocorrer devido à baixa concentração desses grupamentos, não permitindo sua detecção. Também não foram observadas variações na região de impressões digitais de açúcares, 900 a 1200 cm^{-1} , corroborando com Díaz et al. (2018).

Figura 31 – Espectro infravermelho das amostras amiláceas na faixa espectral de 400 a 4000 cm^{-1} .



Nota: AM – amido de mandioca nativo; PE1, PS1, PP1 – polvilhos azedos provenientes da fermentação 1, secos em estufa, secador solar e ao sol sem proteção, respectivamente; PE2, PS2, PP2 – polvilhos azedos provenientes da fermentação 2, secos em estufa, secador solar e ao sol sem proteção, respectivamente.

O grau de oxidação em amidos modificados quimicamente por tratamentos oxidativos é maior que em polvilhos azedos, os quais passam por uma fermentação natural. Alguns autores observaram a presença de grupos carboxílicos em amidos modificados, registrados na região espectral, comparados aos seus amidos nativos (DEMIATE et al., 2000; SILVA et al., 2006; TAKIZAWA et al., 2004).

5.8.10 Determinação da concentração de carboxilas e carbonilas

Amidos oxidados são obtidos pela reação de um agente oxidante com os grupos hidroxila livres na molécula de glicose, resultando na formação de grupos carboxilas e carbonilas (DIAS et al., 2011). Como o polvilho azedo é considerado um amido levemente oxidado, espera-se encontrar uma maior quantidade desses grupos, em comparação ao amido nativo. Portanto, as alterações são baixas comparadas às modificações com reagentes químicos, e os resultados não mostram diferenças significativas (Tabela 22).

Tabela 22 – Concentração de carboxilas e carbonilas nos produtos amiláceos.

Amostras	Carboxilas (%)	Carbonilas (%)
AM	0,16 ± 0,01	0,01 ± 0,01
PE1	0,14 ± 0,01	0,01 ± 0,01
PE2	0,16 ± 0,04	0,02 ± 0,00
PS1	0,12 ± 0,02	0,03 ± 0,01
PS2	0,13 ± 0,02	0,02 ± 0,00
PP1	0,12 ± 0,01	0,01 ± 0,01
PP2	0,16 ± 0,02	0,02 ± 0,01

Nota: AM: amido de mandioca nativo; PE1, PS1, PP1: polvilhos azedos provenientes da fermentação 1, secos em estufa, secador solar e ao sol sem proteção, respectivamente; PE2, PS2, PP2: polvilhos azedos provenientes da fermentação 2, secos em estufa, secador solar e ao sol sem proteção, respectivamente.

Concentrações de carboxilas semelhantes foram encontradas por Demiate et al. (2000) (0,11 %), Takizawa et al. (2004) (0,16 %), Silva et al. (2006) (0,16 e 0,30 %) e Putri et al. (2012) (0,16 %). As concentrações de carbonilas

encontradas foram menores que 0,18 %, valor encontrado por Putri et al. (2012) para amido de mandioca.

Os valores de carboxilas encontrados foram maiores, enquanto os de carbonilas foram semelhantes aos obtidos por Dias et al. (2011). Eles apresentaram os valores de 0,04 e 0,07 % para amido de mandioca fermentado e seco em estufa e seco ao sol, respectivamente, tanto de carboxilas como de carbonilas. Como os amidos fermentados secos ao sol obtiveram maiores concentrações que os secos em estufa, os autores afirmam que a secagem ao sol promove uma maior oxidação do amido de mandioca fermentado. Portanto, esse comportamento não foi observado em nosso trabalho.

Altos teores de carboxilas e carbonilas são encontrados em amidos oxidados por tratamentos químicos com a adição de permanganato de potássio e ácido láctico ou hipoclorito de sódio, devido à fragmentação molecular decorrente do tratamento oxidativo (DEMIATE et al., 2000; TAKIZAWA et al., 2004; DIAS et al., 2011). O tipo e a quantidade de grupos funcionais nas moléculas de amido formados durante a oxidação dependem do tempo de reação, temperatura e pH. A oxidação do amido com hipoclorito de sódio ocorre mais rapidamente em pH neutro, enquanto a taxa de reação diminui com o aumento da acidez ou alcalinidade. Condições alcalinas favorecem a formação de grupos carboxila, enquanto condições ácidas favorecem a formação de grupos carbonila (SANGSEETHONG; LERTPHANICH; SRIROTH, 2009).

5.8.11 Coloração diferencial

Amidos oxidados possuem afinidade com o corante azul de metileno (corante catiônico) devido à presença do íon carboxilato no amido (aniônico). O amido carregado negativamente reage apenas com corantes positivos ou catiônicos e vice-versa. A negatividade pode ser conferida ao amido pela oxidação, ou seja, introdução de grupos carboxilas (SCHOCH; MAYWALD, 1956). A análise de coloração diferencial está demonstrada na Tabela 23.

O parâmetro L^* e C^* indicam a luminosidade e a intensidade de cor da amostra, respectivamente, sendo que a amostra AM apresentou maior luminosidade ($>L^*$) e menor intensidade de cor ($<C^*$), enquanto PS1, o contrário. Avaliando o valor de b^* , conclui-se que a amostra PS1 possui cor azul mais intensa ($<b^*$), enquanto PS2 e AM, menos intensa ($>b^*$). Os produtos da Fermentação 1 (PE1, PS1, PP1) apresentaram cor azul mais intensa ($<b^*$), maior tonalidade ($>h^\circ$) e maior intensidade de cor ($>C^*$) comparados aos produtos da Fermentação 2 (PE2, PS2, PP2). Isso pode estar relacionado às eventuais diferenças na microbiota desenvolvida nas fermentações, ocorrendo essa variação na intensidade e tonalidade das cores.

Tabela 23 – Coloração diferencial dos produtos amiláceos.

Amostra	L^*	a^*	b^*	h°	C^*
AM	$79,9^a \pm 0,8$	$-5,6^b \pm 0,1$	$-4,9^b \pm 0,1$	$41,5^e \pm 0,3$	$7,45^e \pm 0,11$
PE1	$73,4^e \pm 0,1$	$-8,2^e \pm 0,1$	$-8,5^d \pm 0,1$	$46,2^c \pm 0,2$	$11,76^b \pm 0,16$
PE2	$77,7^c \pm 0,2$	$-6,4^c \pm 0,2$	$-5,8^c \pm 0,2$	$42,0^d \pm 0,3$	$8,65^d \pm 0,25$
PS1	$70,5^f \pm 1,1$	$-8,9^f \pm 0,1$	$-10,0^e \pm 0,3$	$48,2^b \pm 0,5$	$13,42^a \pm 0,28$
PS2	$76,5^d \pm 0,2$	$-5,2^a \pm 0,1$	$-4,6^a \pm 0,1$	$41,7^{de} \pm 0,1$	$6,90^f \pm 0,11$
PP1	$73,0^e \pm 0,7$	$-7,4^d \pm 0,1$	$-8,6^d \pm 0,2$	$49,3^a \pm 0,3$	$11,31^c \pm 0,26$
PP2	$78,4^b \pm 0,2$	$-6,4^c \pm 0,2$	$-5,6^c \pm 0,2$	$41,5^e \pm 0,3$	$8,51^d \pm 0,32$

Nota: Valores seguidos de letras diferentes na mesma coluna indicam diferença significativa a $p < 0,05$ (Fisher). AM: amido de mandioca nativo; PE1, PS1, PP1: polvilhos azedos provenientes da fermentação 1, secos em estufa, secador solar e ao sol sem proteção, respectivamente; PE2, PS2, PP2: polvilhos azedos provenientes da fermentação 2, secos em estufa, secador solar e ao sol sem proteção, respectivamente.

Foi observado cor azul menos intensa ($>b^*$) no AM em comparação aos polvilhos azedos, com exceção de PS2. Portanto, como a oxidação que ocorre nos polvilhos azedos não é muito intensa como em amidos modificados quimicamente, não gerando diferenças nas concentrações de carboxilas (Tabela 22), podemos dizer que a presença de carboxilas não foi suficiente para dar a coloração mais intensa esperada nessa amostra.

Matsuguma et al. (2009) observaram uma cor azul mais intensa para os amidos modificados de mandioquinha-salsa. Silva et al. (2008), entretanto, não diferenciaram amidos modificados com permanganato de potássio/ácido láctico e

hipoclorito de sódio/ácido láctico de seus amidos nativos, possivelmente pelo fato das modificações químicas terem sido muito discretas. Takizawa et al. (2004) encontraram cor azul mais clara para o amido nativo de mandioca em relação ao amido modificado com permanganato de potássio e ácido láctico.

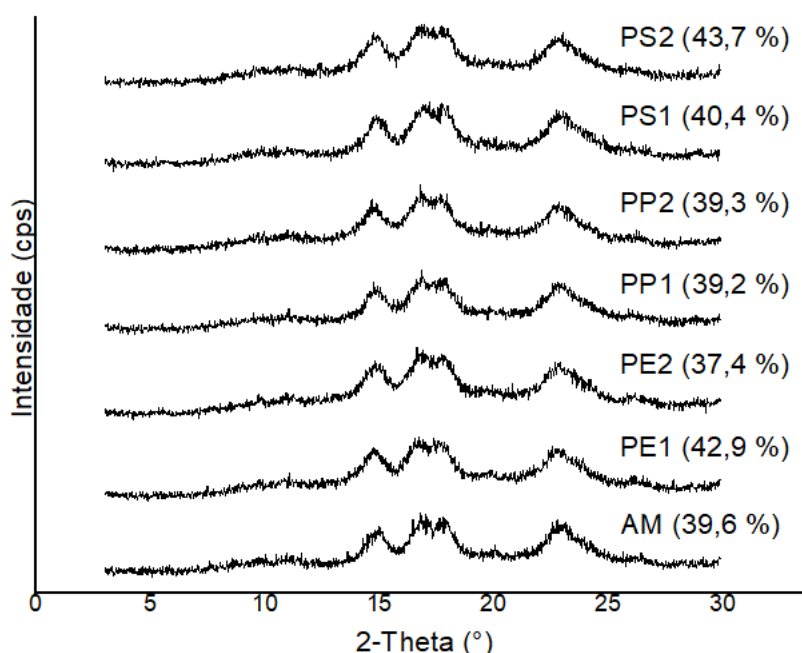
5.8.12 Difração de raios X

Os grânulos de amido estão organizados em regiões cristalinas e amorfas. A região cristalina é constituída de cadeias de amilopectina, enquanto a região amorfa, de pontos de ramificação de amilopectina e maior quantidade de amilose. Portanto, a estrutura cristalina dos grânulos de amido, determinada por difratometria de raios X, é descrita principalmente em função das duplas hélices formadas pelas ramificações da amilopectina (HOOVER, 2001; COPELAND et al., 2009).

O padrão cristalino tipo A é caracterizado por picos em 15, 17, 18 e 23° em 2θ , enquanto o padrão tipo B exibe picos em 5,6, 17, 22 e 24° em 2θ . O padrão tipo C consiste da presença dos padrões tipo A e B em conjunto (GARCIA et al., 2016; MENG et al., 2018). O amido de mandioca não apresenta uma classificação bem definida, sendo classificado como tipo A por alguns autores, e tipo C ou C_A por outros (HOOVER, 2001) (MARCON et al., 2009; PUTRI et al., 2012; GARCIA et al., 2016). As amostras analisadas apresentaram picos em 15, 17, 18 e 23° em 2θ , característicos do perfil de difração tipo A (Figura 32).

Não foram observadas diferenças no padrão de raios X entre o amido nativo e os polvilhos azedos, indicando que a oxidação ocorreu principalmente nas regiões amorfas dos grânulos, com degradação das moléculas de amilose e as regiões cristalinas permaneceram intactas (KUAKPETOON; WANG, 2001; BENINCA et al., 2008; MARCON et al., 2009). Portanto, alguns autores verificaram diferenças na intensidade de difração nos difratogramas (MARCON et al., 2009; PUTRI et al., 2012; GARCIA et al., 2016).

Figura 32 – Padrões de difração de Raios X e os números entre parênteses são as porcentagens de cristalinidade relativa das amostras amiláceas.



Nota: AM – amido de mandioca nativo; PE1, PS1, PP1 – polvilhos azedos provenientes da fermentação 1, secos em estufa, secador solar e ao sol sem proteção, respectivamente; PE2, PS2, PP2 – polvilhos azedos provenientes da fermentação 2, secos em estufa, secador solar e ao sol sem proteção, respectivamente; PC1, PC2, PC3 – polvilho azedo comercial das marcas 1, 2 e 3, respectivamente.

A oxidação que ocorre no polvilho azedo é muito discreta, não sendo possível observar diferenças entre seu amido nativo. De acordo com Beninca et al. (2013), não ocorre alterações na birrefringência dos grânulos de amido oxidado e a oxidação ocorre principalmente na região amorfa.

Os amidos nativos apresentam uma grande variação na cristalinidade relativa, o que está associado ao teor de amilose e amilopectina nos grânulos. Portanto, esta grande variação na cristalinidade relativa, indica as diferentes proporções entre amilose e amilopectina nos grânulos de amido. Como não foram observadas diferenças nos teores de amilose das amostras, os valores de cristalinidade relativa também foram semelhantes, variando de 37,4 a 43,7 %. São encontrados valores de cristalinidade relativa para amidos de mandioca de 38,0 % (HOOVER, 2001), 32,7 e 37,9 % (MARCON et al., 2009), e 44,2 % (PUTRI et al., 2012). E para polvilhos azedos de 40,4 a 42,6 % (PUTRI et al.,

2012), 35,6 a 40,8 % (GARCIA et al., 2016) e 39,5 e 34,1 % (MARCON et al., 2009).

5.9 ANÁLISE SENSORIAL

Os resultados foram analisados pela Análise Procrustes Generalizada (GPA). O princípio da GPA consiste em aproximar as configurações de cada avaliador a uma configuração de consenso, corrigindo diferenças no julgamento desses avaliadores (GOWER, 1975). Os resultados dos avaliadores são avaliados como coordenadas num espaço multidimensional, e transformados com o objetivo de evitar variação no uso da escala, diferentes intervalos de valores ou interpretações diferenciadas. Permite identificar avaliadores com diferenças de percepção e falta de repetibilidade, podendo eliminá-los da equipe (DIJKSTERHUIS; GOWER, 1991; OLIVEIRA; BENASSI, 2003). A GPA executa três transformações que ajustam as diferenças entre os avaliadores. A primeira transformação é a Translação, onde o centro de cada configuração é movido para uma origem comum. Na segunda transformação, Rotação, cada configuração é “rodada” para a mesma direção. Na terceira, Auto-escalamento, as configurações são “esticadas” ou “encolhidas” para ajustar seu tamanho (WILLIAMS; ARNOLD, 1985).

Analisando a tabela P ANOVA dos dados obtidos pelo Monitoramento do Painel Sensorial (GPA), foi obtido o valor de $p < 0,01$, comprovando uma efetiva transformação dos dados. Para avaliar o consenso da equipe, foram analisados os resíduos por objeto (amostra), os quais variaram de 1,01 a 1,34 para os biscoitos BPS1 e BPC1, respectivamente, indicando que houve um melhor consenso entre os avaliadores para BPS1. Portanto, os avaliadores apresentaram consenso entre todas as amostras, pois valores próximos a 1,0 são considerados valores ótimos para se obter consenso na equipe. Para avaliar o consenso de cada avaliador em relação à equipe, foram analisados os resíduos por configuração (avaliadores), os quais variaram de 0,13 a 0,82 para os Avaliadores 1 e 2, respectivamente. Quanto menor o valor do resíduo, ou seja,

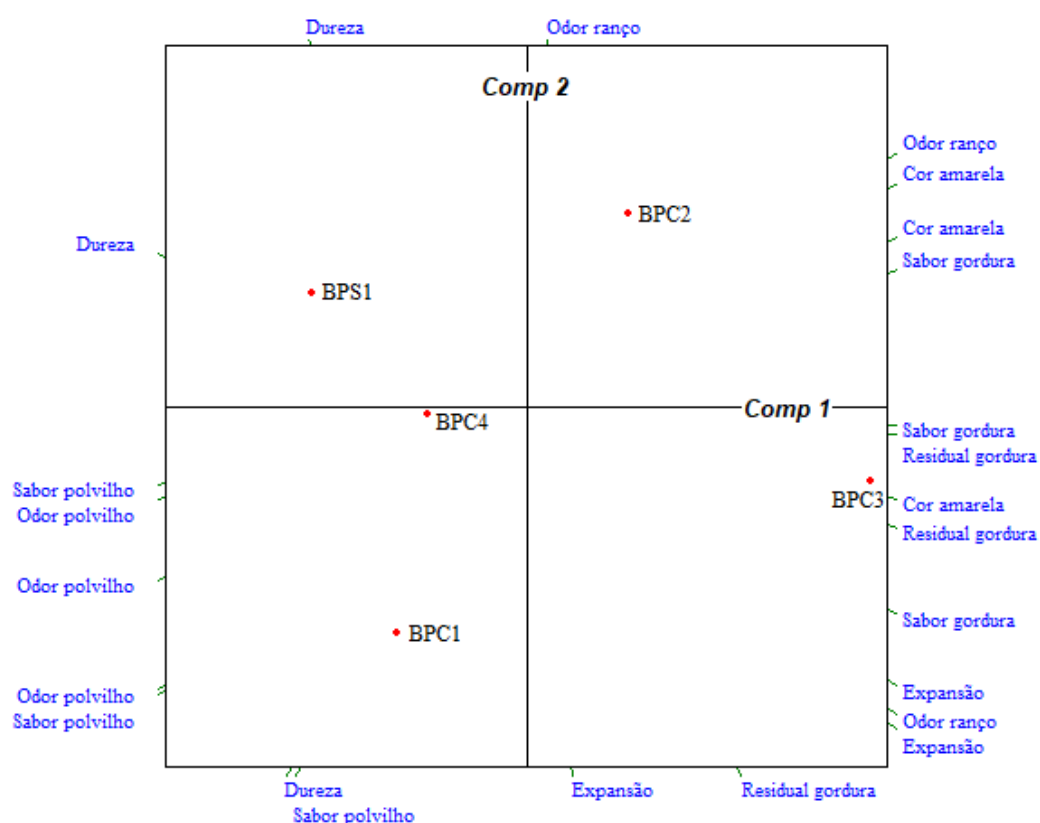
quanto mais perto de zero, mais perto o avaliador está do consenso com a equipe. Quanto maior for o resíduo, maior quantidade de transformações foram necessárias para aproximar os dados da configuração ideal. Portanto, todos os avaliadores estão em consenso com a equipe, sendo que o Avaliador 1 está mais perto do consenso que os demais.

Para verificar a repetibilidade dos avaliadores, foram analisados os fatores isotrópicos de escala, conforme Oreskovich; Klein; Sutherland (1991), indicando se a extensão da configuração inicial de cada avaliador foi “esticada” ($p > 1,0$) ou “reduzida” ($p < 1,0$). Foi observado que todos os avaliadores ordenaram as amostras na mesma ordem, já que os valores foram próximos a 1,0.

A Análise de Componentes Principais (PCA) foi utilizada para apresentar a caracterização das amostras em relação a cada um dos atributos sensoriais (Figura 33). Apenas dois componentes principais foram necessários para explicar 69,26 % da variância total, onde Comp 1 e Comp 2 abrangem 45,27 e 23,98 %, respectivamente. A amostra BPS1 apresentou maior dureza e menor expansão, com valores intermediários de sabor e odor de polvilho, sendo que a BPC3 apresentou o contrário. BPC1 e BPC4 apresentaram maiores valores de dureza, sabor e odor de polvilho, enquanto BPC2 maior cor amarela, odor de ranço e sabor de gordura.

Por fim, os dados da ADO foram também avaliados por teste de Friedman para verificar diferenças entre amostras para cada atributo. Os valores de F_{teste} encontrados para comparar as amostras em relação aos atributos foram maiores que 9,3, valor mínimo crítico tabelado, constatando diferença significativa entre as amostras ($p > 0,05$). Pela Tabela de Christensen et al. (2006), o valor de 27 foi encontrado como a diferença crítica entre os totais de ordenação ($p > 0,05$). Comparando as somas das ordenações para cada amostra, observamos que todas diferiram entre si, com valores maiores ou iguais a 27 (Tabela 24).

Figura 33 – Configuração de consenso das amostras na ADO gerada pela GPA.



Nota: BPS1: biscoito elaborado com polvilho azedo proveniente da fermentação 1, seco no secador solar; BPC1, BPC2, BPC3, BPC4: biscoitos elaborados com polvilhos azedos comerciais das marcas 1, 2, 3 e 4, respectivamente.

Tabela 24 – Somatória dos valores de ordenação para a equipe por atributos.

Agrupamentos	Atributos	Amostras				
		BPS1	BPC1	BPC2	BPC3	BPC4
Aparência	Expansão	64 ^d	142 ^{ab}	126 ^b	158 ^a	95 ^c
	Cor amarela	67 ^c	84 ^c	140 ^{ab}	164 ^a	130 ^b
Odor	Ranço	94 ^c	103 ^{bc}	130 ^a	137 ^a	121 ^{ab}
	Polvilho	138 ^{ab}	149 ^a	95 ^{cd}	83 ^d	120 ^{bc}
Sabor	Gordura	96 ^c	109 ^{bc}	127 ^{ab}	143 ^a	110 ^{bc}
	Polvilho	113 ^{bc}	140 ^a	107 ^{bc}	99 ^c	126 ^{ab}
Textura	Dureza	179 ^a	91 ^c	78 ^c	98 ^c	139 ^b
Residual	Gordura	84 ^c	109 ^{bc}	124 ^b	156 ^a	112 ^b

Nota: Valores seguidos de letras diferentes na mesma linha indicam diferença significativa a $p < 0,05$ (Fisher). BPS1: biscoito elaborado com polvilho azedo proveniente da fermentação 1, seco no secador solar; BPC1, BPC2, BPC3, BPC4: biscoitos elaborados com polvilhos azedos comerciais das marcas 1, 2, 3 e 4, respectivamente.

Foi observado pelo Teste de Friedman que a amostra BPS1, polvilho azedo seco no secador solar, obteve menor expansão, diferindo significativamente de todas as amostras. Esse fato não é positivo, pois se esperava obter um biscoito com as mesmas características dos biscoitos elaborados com polvilhos comerciais. A maior expansão foi observada na amostra BPC3, comprovando a análise de volume específico, onde PC3, polvilho azedo comercial utilizado para elaborar o biscoito BPC3, obteve também maior expansão. O mesmo pode ser observado no gráfico do PCA, corroborando com Carnelocce et al. (2012) que também relacionaram o gráfico PCA e o teste de Friedman para biscoitos laminados salgados.

O biscoito BPS1 apresentou maior dureza e, juntamente com BPC1, menor odor de ranço e residual de gordura e, juntamente com BPC4 e BPC1, maior odor de polvilho e menor sabor de gordura. O sabor de polvilho foi bem pronunciado, sendo que apenas BPC1 apresentou maior intensidade nesse atributo. Todas essas características são desejáveis para biscoitos de polvilho. A maior intensidade de sabor de gordura, odor de ranço e residual de gordura foram observados no biscoito BPC3. Provavelmente por ser a amostra com maior expansão, ou seja, maior evaporação durante o assamento por possuir uma maior abertura dos alvéolos e, conseqüentemente, maior área exposta ao calor, resultando numa coloração mais amarela e concentrando a gordura. O mesmo foi observado por Carnelocce et al. (2012) em biscoitos laminados salgados, onde a amostra com maior sabor amanteigado e aroma de manteiga, também apresentou menor sabor de tostado e cor de assado.

O biscoito BPS1 obteve também, juntamente com BPC1, menor intensidade de cor amarela, e BPC3 e BPC2 a maior intensidade. Esses resultados corroboram com a análise de cor onde PC2 e PC3, polvilhos azedos utilizados na elaboração dos biscoitos BPC3 e BPC2, respectivamente, apresentaram coloração mais escura e maior intensidade da cor amarela.

6 CONCLUSÃO

A utilização do secador solar favoreceu a secagem do polvilho azedo pois proporcionou um menor tempo de secagem e umidade inferior ao controle. Além de não bloquear a radiação ultravioleta, minimizar fragmentos de insetos e matéria areno-terrosa, e impedir as demais contaminações, possibilitou obter um produto com boa capacidade de expansão, com volume específico similar ao controle. A classificação em pequena expansão, tanto para o controle quanto para o tratamento, pode ser explicada pela ausência de ácido láctico e alto teor de amilose do amido de mandioca utilizado.

O biscoito de polvilho elaborado com o polvilho azedo seco no secador solar apresentou menor expansão em relação às amostras comerciais. Entretanto, exibiu características sensoriais desejáveis por apresentar as menores intensidades de odor de ranço, sabor de gordura e residual de gordura, e por ser um dos biscoitos com maiores intensidades de sabor e odor de polvilho.

Todas as amostras apresentaram alto grau de pureza e ausência de contaminação por coliformes a 45 °C. Bactérias lácticas não foram encontradas nas amostras. Os amidos fermentados apresentaram menor pH e leves erosões em sua superfície.

Não foram observadas diferenças significativas ($p > 0,05$) em relação à cor, resistência a ciclos de congelamento-descongelamento, teor de amilose, solubilidade e poder de intumescimento entre as amostras. Os amidos fermentados apresentaram pastas mais transparentes, devido ao processo fermentativo e a secagem.

A propriedade de pasta apresentou uma redução nos picos de viscosidade em pH neutro para todas as amostras, com exceção do amido nativo. Uma possível explicação é a oxidação desses amidos, apresentando grupos carboxilas em sua estrutura que, quando estão carregados negativamente, apresentam um comportamento polieletrólítico. A análise térmica resultou em maiores valores de temperaturas e variação de entalpia para os polvilhos azedos, sendo explicados pelo ataque ácido e enzimático em regiões

amorfas dos grânulos durante a fermentação. As amostras apresentaram o padrão de difração tipo A característico de amidos de mandioca.

Não foram encontradas diferenças nos teores de carboxilas e carbonilas pelo método titulométrico e espectroscopia na região do infravermelho médio. Entretanto, a partir da análise de coloração diferencial há indicação de uma menor presença dos grupamentos carboxila no amido nativo.

A partir deste trabalho sugere-se a continuação da pesquisa sobre as etapas de fermentação natural e secagem solar. Para ter um maior controle do processo de fermentação, há necessidade de produção de um inóculo (“pé de cuba”) com elevada contagem de bactérias lácticas e leveduras em condições direcionadas ao processo de fermentação do polvilho azedo. Com o intuito de produzir polvilho azedo de qualidade higiênica em escala industrial, sugere-se a ampliação de escala do secador solar desenvolvido neste trabalho.

REFERÊNCIAS

- ABAM – ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DOS PRODUTORES DE FÉCULA DE MANDIOCA. **Estatísticas Produção**. Disponível em: <<http://www.abam.com.br/>>. Acesso em: 28 out. 2018.
- ABNT - ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **Teste Triangular em Análise Sensorial dos Alimentos e Bebidas - NBR 12995**. São Paulo, SP, 1993.
- ADEGUNWA, M.; SANNI, L.; MAZIYA-DIXON, B. Effects of fermentation length and varieties on the pasting properties of sour cassava starch. **African Journal of Biotechnology**, v. 10, n. 42, p. 8428–8433, 2011.
- AI, Y.; JANE, J. Gelatinization and rheological properties of starch. **Starch - Stärke**, v. 67, n. 3–4, p. 213–224, 2015.
- ALMEIDA, I. B. DE; LIMA, M. A. A.; SOUZA, L. G. M. DE. Desenvolvimento de secador solar construído a partir de material reciclável. **Holos**, v. 4, p. 197, 2016.
- ALONSO-GOMEZ, L.; NIÑO-LÓPEZ, A. M.; ROMERO-GARZÓN, A. M.; PINEDA-GOMEZ, P.; DEL REAL-LOPEZ, A.; RODRIGUEZ-GARCIA, M. E. Physicochemical transformation of cassava starch during fermentation for production of sour starch in Colombia. **Starch - Stärke**, v. 68, n. 11–12, p. 1139–1147, 2016.
- ALTAY, F.; GUNASEKARAN, S. Influence of drying temperature, water content, and heating rate on gelatinization of corn starches. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 54, n. 12, p. 4235–4245, 2006.
- ALVARADO, P. M.; GROSMARE, L.; DUFOUR, D.; TORO, A. G.; SÁNCHEZ, T.; CALLE, F.; SANTANDER, M. A. M.; CEBALLOS, H.; DELARBRE, J. L.; TRAN, T. Combined effect of fermentation, sun-drying and genotype on breadmaking ability of sour cassava starch. **Carbohydrate Polymers**, v. 98, n. 1, p. 1137–1146, 2013.
- ALVES, R. M. V.; JAIME, S. B. M.; GONÇALVES, M. P.; SUZUKI, P. W. Embalagens plásticas e de vidro para produtos farmacêuticos : avaliação das propriedades de barreira à luz. **Revista de Ciências Farmacêuticas Básica e Aplicada**, v. 29, n. 2, p. 169–180, 2008.
- AMPE, F.; SIRVENT, A.; ZAKHIA, N. Dynamics of the microbial community responsible for traditional sour cassava starch fermentation studied by denaturing gradient gel electrophoresis and quantitative rRNA hybridization. **International Journal of Food Microbiology**, v. 65, n. 1–2, p. 45–54, 2001.
- APLEVICZ, K. S.; DEMIATE, I. M. Caracterização de amidos de mandioca nativos e modificados e utilização em produtos panificados. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 27, n. 3, p. 478–484, 2007.

AQUINO, A. C. M. S.; PEREIRA, J. M.; WATANABE, L. B.; AMANTE, E. R. Standardisation of the sour cassava starch reduces the processing time by fermentation water monitoring. **International Journal of Food Science and Technology**, v. 48, n. 9, p. 1892–1898, 2013.

AQUINO, A. C. M. S.; AZEVEDO, M. S.; RIBEIRO, D. H. B.; COSTA, A. C. O.; AMANTE, E. R. Validation of HPLC and CE methods for determination of organic acids in sour cassava starch wastewater. **Food Chemistry**, v. 172, p. 725–730, 2015.

AQUINO, A. C. M. S.; GERVIN, V. M.; AMANTE, E. R. Avaliação do processo produtivo de polvilho azedo em indústrias de Santa Catarina. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 19, n. 0, 2016.

ASCHERI, D. P. R.; VILELA, E. R. Alterações do polvilho de mandioca pela fermentação, no fabrico de biscoitos. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v. 30, n. 2, p. 269–279, 1995.

ATWELL, W. A.; HOOD, L. F.; LINEBACK, D. R. The terminology and methodology associated with basic starch phenomena. **Cereal Foods World**, v. 33, p. 306–311, 1998.

AVANCINI, S. R. P.; FACCIN, G. L.; VIEIRA, M. A.; ROVARIS, A. A.; PODESTÁ, R.; TRAMONTE, R.; SOUZA, N. M. A.; AMANTE, E. R. Cassava starch fermentation wastewater: characterization and preliminary toxicological studies. **Food and Chemical Toxicology**, v. 45, n. 11, p. 2273–2278, 2007.

BENINCA, C.; DEMIATE, I. M.; LACERDA, L. G.; CARVALHO FILHO, M. A. S.; IONASHIRO, M.; SCHNITZLER, E. Thermal behavior of corn starch granules modified by acid treatment at 30 and 50°C. **Eclética Química**, v. 33, n. 3, p. 13–17, 2008.

BENINCA, C.; COLMAN, T. A. D.; LACERDA, L. G.; DA SILVA CARVALHO FILHO, M. A.; DEMIATE, I. M.; BANNACH, G.; SCHNITZLER, E. Thermal, rheological, and structural behaviors of natural and modified cassava starch granules, with sodium hypochlorite solutions. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 111, n. 3, p. 2217–2222, 2013.

BRASIL. MINISTÉRIO DA SAÚDE. AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA. RESOLUÇÃO CNMPA Nº 12, DE 30 DE MARÇO DE 1978. **Diário Oficial da União**. Poder Executivo, Brasília, DF, 24 jul. 1978. Seção 1, p. 11.528., 1978.

BRASIL. MINISTÉRIO DA SAÚDE. AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA. RESOLUÇÃO Nº 12 DE 2 DE JANEIRO DE 2001. **Diário Oficial da União**. Disponível em: <<http://www.anvisa.gov.br>>. Acesso em: 29 jul. 2017.

BRASIL. MINISTÉRIO DA SAÚDE. AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA. RESOLUÇÃO RDC Nº 263, DE 22 DE SETEMBRO DE 2005. **Diário Oficial da União**. Poder Executivo, Brasília, DF, 23 set. 2005. Seção 1, p. 368., 2005.

BURRELL, M. M. Starch: the need for improved quality or quantity - an overview. **Journal of Experimental Botany**, v. 54, n. 382, p. 451–456, 2003.

CAMPANHA, R. B.; FRANCO, C. M. L. Gelatinization properties of native starches and their Næegeli dextrans. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 106, n. 3, p. 799–804, 2011.

CARNELOCCE, L.; SEIBEL, N. F.; PRUDENCIO, S. H.; BENASSI, M. T. Análise descritiva por ordenação: aplicação na caracterização sensorial de biscoitos laminados salgados. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 15, n. 4, p. 288–299, 2012.

CASTIGLIONI, G. L.; SOARES JÚNIOR, M. S.; SOUZA, T. A. C.; SILVA, F. A.; CALIARI, M. Tamanho dos alvéolos e aceitação de pães de forma enriquecidos com farelo de mandioca. **Pesquisa Agropecuaria Tropical**, v. 44, n. 2, p. 127–134, 2014.

CEPEA – CENTRO DE ESTUDOS AVANÇADOS EM ECONOMIA APLICADA. **Preços agropecuários**. Disponível em: <<http://www.cepea.esalq.usp.br/br>>. Acesso em: 29 out. 2018.

CEREDA, M. P. Tecnologia e qualidade do polvilho azedo. **Informe Agropecuário**, v. 13, n. 145, p. 63–68, 1987.

CEREDA, M. P.; CHUZEL, G. C.; VILPOUX, O.; NUNES, O. L. G. S. Modificação de fécula por fermentação. In: LIMA, U. A.; AQUARONE, E.; BORZANI, W.; SCHMIDELL, W. (Eds.). **Biotechnologia Industrial**. São Paulo: Edgard Blücher, v. 3, 2001. p. 413–464.

CEREDA, M. P.; VILPOUX, O. **Polvilho azedo, critérios de qualidade para uso em produtos alimentares**. São Paulo: Fundação Cargill, Culturas de Tuberosas Amiláceas Latino Americanas, 2002.

CEREDA, M. P.; VILPOUX, O. F. Conservação de raízes. In: CEREDA, M. P.; VILPOUX, O. F. (Eds.). **Tecnologia, usos e potencialidades de tuberosas amiláceas Latino Americanas**. São Paulo: Fundação Cargill, v. 3, 2003a. p. 13–29.

CEREDA, M. P.; VILPOUX, O. F. Polvilho azedo, critérios de qualidade para uso em produtos alimentares. In: CEREDA, M. P.; VILPOUX, O. F. (Eds.). **Tecnologia, usos e potencialidades de tuberosas amiláceas Latino Americanas**. São Paulo: Fundação Cargill, v. 3, 2003b. p. 333–354.

CEREDA, M. P.; VILPOUX, O. F.; DEMIATE, I. M. Amidos modificados. In: CEREDA, M. P.; VILPOUX, O. F. (Eds.). **Tecnologia, usos e potencialidades de tuberosas amiláceas Latino Americanas**. São Paulo: Fundação Cargill, v. 3, 2003. p. 246–332.

CEVASCO, G.; PIATEK, A. M.; SCAPOLLA, C.; THEA, S. A simple, sensitive and efficient assay for the determination of D- and L-lactic acid enantiomers in human plasma by high-performance liquid chromatography. **Journal of Chromatography A**, v. 1218, n. 6, p. 787–792, 2011.

CHAVES-LÓPEZ, C.; SERIO, A.; GRANDE-TOVAR, C. D.; CUERVO-MULET, R.; DELGADO-OSPINA, J.; PAPARELLA, A. Traditional fermented foods and beverages from a microbiological and nutritional perspective: the colombian heritage. **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety**, v. 13, n. 5, p. 1031–1048, 2014.

CHIWONA-KARLTUN, L.; NYIRENDA, D.; MWANSA, C. N.; KONGOR, J. E.; BRIMER, L.; HAGGBLADE, S.; AFOAKWA, E. O. Farmer preference, utilization, and biochemical composition of improved cassava (*Manihot esculenta* Crantz) varieties in southeastern Africa. **Economic Botany**, v. 69, n. 1, p. 42–56, 2015.

CHRISTENSEN, Z. T.; OGDEN, L. V.; DUNN, M. L.; EGGETT, D. L. Multiple comparison procedures for analysis of ranked data. **Journal of Food Science**, v. 71, n. 2, 2006.

COLLAR, C. Significance of viscosity profile of pasted and gelled formulated wheat doughs on bread staling. **European Food Research and Technology**, v. 216, n. 6, p. 505–513, 2003.

COPELAND, L.; BLAZEK, J.; SALMAN, H.; TANG, M. C. Form and functionality of starch. **Food Hydrocolloids**, v. 23, n. 6, p. 1527–1534, 2009.

COULIN, P.; FARAH, Z.; ASSANVO, J.; SPILLMANN, H.; PUHAN, Z. Characterisation of the microflora of attiéké, a fermented cassava product, during traditional small-scale preparation. **International Journal of Food Microbiology**, v. 106, p. 131–136, 2006.

CRAIG, S. A. S.; MANINGAT, C. C.; SEIB, P. A.; HOSENEY, R. C. Starch paste clarity. **Cereal Chemistry**, v. 66, n. 3, p. 173–182, 1989.

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

DEMIATE, I. M.; SANGER, S. A.; VOGLER, Z.; CEREDA, M. P.; WOSIACKI, G. Características de qualidade de amostras de polvilho azedo produzido ou comercializado no Estado do Paraná. **Arquivos de Biologia e Tecnologia**, v. 40, n. 2, p. 321–330, 1997a.

DEMIATE, I. M.; SOUZA, T. O. DE; PUGSLEY, S.; CEREDA, M. P.; WOSIACKI, G. Características de qualidade de amostras de polvilho azedo. Parte 2 - Santa Catarina. **Agropecuária Catarinense**, v. 10, n. 4, p. 51–56, 1997b.

DEMIATE, I. M.; SOUZA, T. O.; NOGUEIRA, A.; WOSIACKI, G.; CEREDA, M. P. Características de qualidade de polvilho azedo Parte 3 - Rio Grande do Sul. **Publicatio UEPG**, v. 4, n. 1, p. 97–112, 1998.

DEMIATE, I. M.; BARANA, A. C.; CEREDA, M. P.; WOSIAKI, G. Organic acid profile of commercial sour cassava starch. **Food Science and Technology**, v. 19, p. 131–135, 1999.

DEMIATE, I. M.; DUPUY, N.; HUVENNE, J. P.; CEREDA, M. P.; WOSIACKI, G. Relationship between baking behavior of modified cassava starches and starch chemical structure determined by FTIR spectroscopy. **Carbohydrate Polymers**, v. 42, p. 149–158, 2000.

DEMIATE, I. M.; WOSIACKI, G.; CEREDA, M. P.; MESTRES, C. Viscographic characteristics of chemically modified cassava starches assessed by RVA. **Publicatio UEPG Ciências Exatas e da Terra, Ciências Agrárias e Engenharias**, v. 11, n. 1, p. 7–17, 2005.

DEMIATE, I. M.; FIGUEROA, A. M.; ZORTÉA GUIDOLIN, M. E. B.; RODRIGUES DOS SANTOS, T. P.; YANGCHENG, H.; CHANG, F.; JANE, J. LIN. Physicochemical characterization of starches from dry beans cultivated in Brazil. **Food Hydrocolloids**, v. 61, p. 812–820, 2016.

DEMIATE, I. M.; KOTOVICZ, V. Cassava starch in the Brazilian food industry. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 31, n. 2, p. 388–397, 2011.

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.

DIAS, A. R. G.; ELIAS, M. C.; OLIVEIRA, M.; HELBIG, E. Oxidação dos amidos de mandioca e de milho comum fermentados: desenvolvimento da propriedade de expansão. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 27, n. 4, p. 794–799, 2007.

DIAS, A. R. G.; ZAVAREZE, E. D. R.; ELIAS, M. C.; HELBIG, E.; DA SILVA, D. O.; CIACCO, C. F. Pasting, expansion and textural properties of fermented cassava starch oxidised with sodium hypochlorite. **Carbohydrate Polymers**, v. 84, n. 1, p. 268–275, 2011.

DÍAZ, A.; DINI, C.; VIÑA, S. Z.; GARCÍA, M. A. Technological properties of sour cassava starches: Effect of fermentation and drying processes. **LWT - Food Science and Technology**, v. 93, n. March, p. 116–123, 2018.

DIJKSTERHUIS, G. B.; GOWER, J. C. The interpretation of generalized procustes analysis and allied methods. **Food Quality and Preference**, v. 3, p. 67–87, 1991.

DU, S.; JIANG, H.; AI, Y.; JANE, J. Physicochemical properties and digestibility of common bean (*Phaseolus vulgaris* L.) starches. **Carbohydrate Polymers**, v. 108, p. 200–205, 2014.

FAO – FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION. **Food and Agricultural Commodities Production**. Disponível em: <<http://fao.org/faostat/>>. Acesso em: 28 out. 2018.

FERREIRA, A. G.; MAIA, C. B.; CORTEZ, M. F. B.; VALLE, R. M. Technical feasibility assessment of a solar chimney for food drying. **Solar Energy**, v. 82, n. 3, p. 198–205, 2008.

FRANCO, C. M. L.; OGAWA, C.; RABACHINI, T.; ROCHA, T. S.; CEREDA, M. P.; JANE, J. L. Effect of lactic acid and UV irradiation on the cassava and corn starches. **Brazilian Archives of Biology and Technology**, v. 53, n. 2, p. 443–454, 2010.

FREITAS, R. A.; PAULA, R. C.; FEITOSA, J. P. A.; ROCHA, S.; SIERAKOWSKI, M. R. Amylose contents, rheological properties and gelatinization kinetics of yam (*Dioscorea alata*) and cassava (*Manihot utilissima*) starches. **Carbohydrate Polymers**, v. 55, p. 3–8, 2004.

FRINGANT, C.; DESBRIÈRES, J.; RINAUDO, M. Physical properties of acetylated starch based materials: relation with their molecular characteristics. **Polymer**, v. 37, n. 13, p. 2663–2673, 1996.

GARCIA, M. C.; FRANCO, C. M. L.; JÚNIOR, M. S. S.; CALIARI, M. Structural characteristics and gelatinization properties of sour cassava starch. **Journal of Thermal Analysis and Calorimetry**, v. 123, n. 2, p. 919–926, 2016.

GBAHA, P.; YOBOUET ANDOH, H.; KOUASSI SARAHA, J.; KAMÉNA KOUA, B.; TOURÉ, S. Experimental investigation of a solar dryer with natural convective heat flow. **Renewable Energy**, v. 32, n. 11, p. 1817–1829, 2007.

GIBSON, T. S.; SOLAH, V. A.; MCCLEARY, B. V. A procedure to measure amylose in cereal starches and flours with concanavalin A. **Journal of Cereal Science**, v. 25, n. 2, p. 111–119, 1997.

GOMES, A. M. M.; SILVA, C. E. M.; RICARDO, N. M. P. S. Effects of annealing on the physicochemical properties of fermented cassava starch (polvilho azedo). **Carbohydrate Polymers**, v. 60, n. 1, p. 1–6, 2005.

GOWER, J. C. Generalized procustes analysis. **Psychometrika**, v. 40, n. 1, p. 33–51, 1975.

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.

IAL - INSTITUTO ADOLFO LUTZ. Procedimentos e determinações gerais. In: _____ (Ed.). **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. 4. ed. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 2008. p. 83–158.

IBGE – INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFIA E ESTATÍSTICA. **Levantamento sistemático da produção agrícola**. Disponível em: <<http://www.ibge.gov.br/home/estatistica/indicadores/agropecuaria/lspa/>>. Acesso em: 30 out. 2018.

INPE – INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS. **Índice Ultravioleta**. Disponível em: <<http://satelite.cptec.inpe.br/>>. Acesso em: 24 jul. 2017.

ISO - INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **ISO 8587: Sensory Analysis. Methodology Ranking**. Genova: ISO copyright office, 2006.

JAIN, D.; TEWARI, P. Performance of indirect through pass natural convective solar crop dryer with phase change thermal energy storage. **Renewable Energy**, v. 80, n., p. 244–250, 2015.

JANE, J.; KASENSUWAN, T.; LEAS, S.; ZOBEL, H.; ROBYT, J. F. Anthology of Starch Granule Morphology by Scanning Electron Microscopy. **Starch - Stärke**, v. 46, n. 4, p. 121–129, 1994.

JANE, J. Current understanding on starch granule structures. **Journal of Applied Glycoscience**, v. 53, n. 3, p. 205–213, 2006.

JANE, J. L.; CHEN, Y. Y.; LEE, L. F.; MCPHERSON, A. E.; WONG, K. S.; RADOSAVLJEVIC, M. KASEMSUWAN, T. Effects of amylopectin branch chain length and amylose content on the gelatinization and pasting properties of starch. **Cereal Chemistry**, v. 76, p. 629–637, 1999.

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

KUAKPETOON, D.; WANG, Y. J. Characterization of different starches oxidized by hypochlorite. **Starch - Stärke**, v. 53, n. 5, p. 211–218, 2001.

LACERDA, I. C. A.; MIRANDA, R. L.; BORELLI, B. M.; NUNES, Á. C.; NARDI, R. M. D.; LACHANCE, M. A.; ROSA, C. A. Lactic acid bacteria and yeasts associated with spontaneous fermentations during the production of sour cassava starch in Brazil. **International Journal of Food Microbiology**, v. 105, n. 2, p. 213–219, 2005.

LACERDA, I. C. A.; GOMES, F. C. O.; BORELLI, B. M.; FARIA, C. L. L.; FRANCO, G. R.; MOURÃO, M. M.; MORAIS, P. B.; ROSA, C. A. Identification of the bacterial community responsible for traditional fermentation during sour cassava starch, cachaça and minas cheese production using culture independent 16S rRNA gene sequence analysis. **Brazilian Journal of Microbiology**, v. 42, n. 2, p. 650–657, 2011.

LADEIRA, T. M. S.; PENA, R. DA S. Propriedades físico-químicas e tecnológicas dos polvilhos azedos de três cultivares de mandioca. **Alimentos e Nutrição**, v. 22, n. 4, p. 631–640, 2011.

LAWAL, O. S.; ADEBOWALE, K. O.; OGUNSANWO, B. M.; BARBA, L. L.; ILO, N. S. Oxidized and acid thinned starch derivatives of hybrid maize: Functional characteristics, wide-angle X-ray diffractometry and thermal properties. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 35, n. 1–2, p. 71–79, 2005.

LEACH, H. W.; MCCOWEN, D. L.; SCHOCH, T. J. Structure of starch granules. I. Swelling and solubility patterns of various starches. **Cereal Chemistry**, v. 36, n. 6, p. 534–544, 1959.

LINDEBOOM, N.; CHANG, P. R.; TYLER, R. T. Analytical, biochemical and physicochemical aspects of starch granule size, with emphasis on small granule starches: a review. **Starch - Stärke**, v. 56, n. 34, p. 89–99, 2004.

LOBO, A. R.; SILVA, G. M. L. Resistant starch and its physicochemical properties. **Revista de Nutrição**, v. 16, n. 2, p. 219–226, 2003.

MADEIRA, R. A. V. **Desenvolvimento de método para determinação da expansão de amido de mandioca**. 2017, 121 f. Tese (Doutorado em Ciência dos Alimentos) – Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2017.

MAEDA, K. C.; CEREDA, M. P. Avaliação de duas metodologias de expansão ao forno do polvilho azedo. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 21, n. 2, p. 139–143, 2001.

MALI, S.; KARAM, L. B.; RAMOS, L. P.; GROSSMANN, M. V. E. Relationships among the composition and physicochemical properties of starches with the characteristics of their films. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 52, p. 7720–7725, 2004.

MARCON, M. J. A.; VIEIRA, M. A.; SANTOS, K.; SIMAS, K. N.; DE MELLO CASTANHO AMBONI, R. D.; AMANTE, E. R. The effect of fermentation on cassava starch microstructure. **Journal of Food Process Engineering**, v. 29, p. 362–372, 2006.

MARCON, M. J. A.; KURTZ, D. J.; RAGUZZONI, J. C.; DELGADILLO, I.; MARASCHIN, M.; SOLDI, V.; REGINATTO, V.; AMANTE, E. R. Expansion properties of sour cassava starch (polvilho azedo): variables related to its practical application in bakery. **Starch - Stärke**, v. 61, n. 12, p. 716–726, 2009.

MARQUEZI, M.; GERVIN, V. M.; WATANABE, L. B.; BASSINELLO, P. Z.; AMANTE, E. R. Physical and chemical properties of starch and flour from different common bean (*Phaseolus vulgaris* L.) cultivars. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 19, p. 1–8, 2016.

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

MENG, L.; ZHANG, W.; WU, Z.; HUI, A.; GAO, H.; CHEN, P.; HE, Y. Effect of pressure-soaking treatments on texture and retrogradation properties of black rice. **LWT - Food Science and Technology**, v. 93, n. March, p. 485–490, 2018.

MESTRES, C.; BOUNGOU, O.; AKISSOË, N.; ZAKHIA, N. Comparison of the expansion ability of fermented maize flour and cassava starch during baking. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 80, n. 6, p. 665–672, 2000.

MESTRES, C.; ROUAU, X. Influence of natural fermentation and drying conditions on the physicochemical characteristics of cassava starch. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 74, p. 147–155, 1997.

MILCZAREK, R. R.; AVENA-MASCARENO, R.; ALONZO, J.; FICHOT, M. I. Improving the sun drying of apricots (*Prunus armeniaca*) with photo-selective dryer cabinet materials. **Journal of Food Science**, v. 81, n. 10, p. E2466–E2475, 2016.

MONTEIRO, S.; MARTINS, J.; MAGALHÃES, F. D.; CARVALHO, L. Low density wood-based particleboards bonded with foamable sour cassava starch: preliminary studies. **Polymers**, v. 8, n. 354, p. 1–11, 2016.

MOSKOWITZ, H. R. **Product Testing and Sensory Evaluation of Foods – Marketing and R&D Approaches**. Westport: Food and Nutrition Press, Inc., 1983.

NARA, S.; KOMIYA, T. Studies on the relationship between water-saturated state and crystallinity by the diffraction method for moistened potato starch. **Starch - Stärke**, v. 35, n. 12, p. 407–410, 1983.

NELSON, D. L.; COX, M. M. Carboidratos e glicobiologia. In: NELSON, D. L.; COX, M. M. (Eds.). **Princípios de Bioquímica de Lehninger**. 6. ed. Porto Alegre: Artmed, 2014. p. 243–280.

NUNES, O. L. G. S.; CEREDA, M. P. Metodologia para avaliação da qualidade de fécula fermentada de mandioca (polvilho azedo). In: **Congresso Brasileiro de Mandioca**. Salvador: 1994, 1994.

OGUNTOYINBO, F. A.; DODD, C. E. R. Bacterial dynamics during the spontaneous fermentation of cassava dough in gari production. **Food Control**, v. 21, n. 3, p. 306–312, 2010.

OLIVEIRA, A. P. V.; BENASSI, M. T. Perfil Livre: uma opção para análise sensorial descritiva. **Boletim da Sociedade Brasileira de Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 37, p. 66–72, 2003.

OLIVEIRA, D. C. **Efeito da secagem solar e em estufa convectiva sobre as características físico-químicas e reológicas do polvilho azedo.** [s.l.] 2016, 336 f. Tese (Doutorado em Engenharia de Alimentos) – Universidade Federal de Santa Catarina, Florianópolis, 2016.

OMAR, N. BEN; AMPE, F.; RAIMBAULT, M.; GUYOT, J. P.; TAILLIEZ, P. Molecular diversity of lactic acid bacteria from cassava sour starch (Colombia). **Systematic and Applied Microbiology**, v. 23, n. 2, p. 285–291, 2000.

ONITILLO, M. O.; SANI, L. O.; OYEWOLE, O. B.; MAZIYA-DIXON, B. Physicochemical and functional properties of sour starches from different cassava varieties. **International Journal of Food Properties**, v. 10, p. 607–620, 2007.

ORESKOVICH, D. C.; KLEIN, B. P.; SUTHERLAND, J. W. Procustes analysis and its application to free choice and other sensory profiling. In: LAWLESS, H. T.; KLEIN, B. P. (Eds.). **Sensory Science Theory and Application in Foods**. New York: Marcel Dekker, 1991. p. 353–394.

ÖZCELIK, S.; KULEY, E.; ÖZOGUL, F. Formation of lactic, acetic, succinic, propionic, formic and butyric acid by lactic acid bacteria. **LWT - Food Science and Technology**, v. 73, p. 536–542, 2016.

PADONOU, S. W.; NIELSEN, D. S.; HOUNHOUIGAN, J. D.; THORSEN, L.; NAGO, M. C.; JAKOBSEN, M. The microbiota of Lafun, an African traditional cassava food product. **International Journal of Food Microbiology**, v. 133, n. 1–2, p. 22–30, 2009.

PARADA, J. L.; ZAPATA, E.; FABRIZIO, S. V. DE; MARTINEZ, A. Microbiological and technological fermentation aspects of. **World Journal of Microbiology & Biotechnology**, v. 12, p. 53–56, 1996.

PARK, K. J.; YADO, M. K. M.; BROD, F. P. R. Estudo de secagem de pêra bartlett (*Pyrus* sp.) em fatias. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 21, n. 3, p. 288–292, 2001.

PAUL ROSS, R.; MORGAN, S.; HILL, C. Preservation and fermentation: past, present and future. **International Journal of Food Microbiology**, v. 79, n. 1–2, p. 3–16, 2002.

PENIDO, F. C. L.; PILÓ, F. B.; SANDES, S. H. DE C.; NUNES, Á. C.; COLEN, G.; OLIVEIRA, E. DE S.; ROSA, C. A.; LACERDA, I. C. A. Selection of starter cultures for the production of sour cassava starch in a pilot-scale fermentation process. **Brazilian Journal of Microbiology**, v. 9, p. 823–831, 2018.

PEREIRA, J. M.; AQUINO, A. C. M. S.; OLIVEIRA, D. C.; ROCHA, G.; FRANCISCO, A.; BARRETO, P. L. M.; AMANTE, E. R. Characteristics of cassava starch fermentation wastewater based on structural degradation of starch granules. **Ciência Rural**, v. 46, n. 4, p. 732–738, 2016.

PÉREZ, E. E.; BREENE, W. M.; BAHNASSEY, Y. A. Variations in the gelatinization profiles of cassava, sagu and arrowroot native starches as measured with different thermal and mechanical methods. **Starch - Stärke**, v. 50, n. 2–3, p. 70–72, 1998.

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

PUTRI, W. D. R.; HARYADI; MARSEN, D. W.; CAHYANTO, M. N. Role of lactic acid bacteria on structural and physicochemical properties of sour cassava starch. **APCBEE Procedia**, v. 2, p. 104–109, 2012.

REBOUÇAS, K. H.; GOMES, L. P.; LEITE, A. M.; UEKANE, T. M.; REZENDE, C. M.; INES TAVARES, M. B.; ALMEIDA, E. L.; DEL AGUILA, E. M.; FLOSI PASCHOALIN, V. M. Evaluating physicochemical and rheological characteristics and microbial community dynamics during the natural fermentation of cassava starch. **Journal of Food Processing and Technology**, v. 7, n. 7, 2016.

RIBEIRO, E. P.; SERAVALLI, E. A. G. Carboidratos. In: RIBEIRO, E. P.; SERAVALLI, E. A. G. (Eds.). **Química de Alimentos**. 2. ed. São Paulo: Edgard Blücher, 2004. p. 33–84.

RICHTER, V. B.; ALMEIDA, T. C. A.; PRUDENCIO, S. H.; BENASSI, M. T. Proposing a ranking descriptive sensory method. **Food Quality and Preference**, v. 21, n. 6, p. 611–620, 2010.

RICKARD, J. E.; ASAOKA, M.; BLANSHARD, J. M. V. The physicochemical properties of cassava starch. **Tropical Science**, v. 31, p. 189–207, 1991.

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

SANEPAR - COMPANHIA DE SANEAMENTO DO PARANÁ. **Qualidade da água**. Disponível em: <www.sanepar.com.br>. Acesso em: 11 fev. 2019.

SANGSEETHONG, K.; LERTPHANICH, S.; SRIROTH, K. Physicochemical properties of oxidized cassava starch prepared under various alkalinity levels. **Starch - Stärke**, v. 61, n. 2, p. 92–100, 2009.

SCHOCH, J. C. Iodimetric determination of amylose. Potentiometric titration Standard methods. In: WHISTLER, R. L. (Ed.). **Methods in Carbohydrate Chemistry**. London: Academic Press, v. 4, 1964.

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 DO PARANÁ. DERAL – DEPARTAMENTO DE ECONOMIA RURAL. **Análise da Conjuntura Agropecuária**. Disponível em: <<http://www.agricultura.pr.gov.br/>>. Acesso em: 13 jul. 2017.

SEAB – SECRETARIA DE ESTADO DA AGRICULTURA E DO ABASTECIMENTO DO PARANÁ. DERAL – DEPARTAMENTO DE ECONOMIA RURAL. **Estimativa de Safra**. Disponível em: <<http://www.agricultura.pr.gov.br/>>. Acesso em: 28 out. 2018.

SEKYERE, C. K. K.; FORSON, F. K.; ADAM, F. W. Experimental investigation of the drying characteristics of a mixed mode natural convection solar crop dryer with back up heater. **Renewable Energy**, v. 92, p. 532–542, 2016.

SHARMA, A.; CHEN, C. R.; VU LAN, N. Solar-energy drying systems: a review. **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, v. 13, n. 6–7, p. 1185–1210, 2009.

SHIROSE, I.; MORI, E. E. M. Aplicação da análise seqüencial à seleção de provadores pelo teste triangular. **Coletânea do ITAL**, v. 14, p. 39–55, 1984.

SILVA, G. O.; TAKIZAWA, F. F.; PEDROSO, R. A.; FRANCO, C. M. L.; LEONEL, M.; SARMENTO, S. B. S.; DEMIATE, I. M. Características físico-químicas de amidos modificados de grau alimentício comercializados no Brasil. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 26, n. 1, p. 188–197, 2006.

SILVA, N.; JUNQUEIRA, V. C. A.; SILVEIRA, N. F. A. Contagem de bactérias lácticas. In: ____ (Ed.). **Manual de métodos de análise microbiológica de alimentos**. 2. ed. São Paulo: Livraria Varela, 2001a. p. 105–106.

SILVA, N.; JUNQUEIRA, V. C. A.; SILVEIRA, N. F. A. Contagem de coliformes totais, coliformes fecais e *Escherichia coli*. In: ____ (Ed.). **Manual de métodos de análise microbiológica de alimentos**. 2. ed. São Paulo: Editora Varela, 2001b. p. 31–40.

SILVA, R. M.; FERREIRA, G. F.; SHIRAI, M. A.; HAAS, Â.; SCHERER, M. L.; FRANCO, C. M. L.; DEMIATE, I. M. Características físico-químicas de amidos modificados com permanganato de potássio/ácido láctico e hipoclorito de sódio/ácido láctico. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 28, n. 1, p. 66–77, 2008.

SIMEPAR - SISTEMA METEOROLÓGICO DO PARANÁ. **Estações Meteorológicas do Simepar no Paraná**. Disponível em: <<http://www.simepar.br>>. Acesso em: 13 abr. 2018.

SINGH, N.; SINGH, J.; KAUR, L.; SODHI, N. S.; GILL, B. S. Morphological, thermal and rheological properties of starches from different botanical sources. **Food Chemistry**, v. 81, p. 219–231, 2003.

SMITH, R. J. Characterization and analysis of starches. In: WHISTLER, R. L.; PASCHALL, E. F. (Eds.). **Starch: chemistry and technology**. New York and London: Academic Press, 1967. p. 569–635.

SONG, X.; ZHU, W.; LI, Z.; ZHU, J. Characteristics and application of octenyl succinic anhydride modified waxy corn starch in sausage. **Starch - Stärke**, v. 62, n. 12, p. 629–636, 2010.

SUMARDIONO, S.; JOS, B.; FIRMANSYAH, D.; HIDAYATUNAJAH, R.; PUDJIHASTUTI, I. Modification of cassava starch using lactic acid hydrolysis in the rotary-UV dryer to improve physicochemical properties. **MATEC Web of Conferences**, v. 156, p. 1–8, 2018.

TACO. **Tabela Brasileira de Composição de Alimentos**. 4. ed. Campinas: NEPA-UNICAMP, 2011.

TAKIZAWA, F. F.; DE OLIVEIRA DA SILVA, G.; KONKEL, F. E.; DEMIATE, I. M. Characterization of tropical starches modified with potassium permanganate and lactic acid. **Brazilian Archives of Biology and Technology**, v. 47, n. 6, p. 921–931, 2004.

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.

VANIER, N. L.; ZAVAREZE, E. DA R.; PINTO, V. Z.; KLEIN, B.; BOTELHO, F. T.; DIAS, A. R. G.; ELIAS, M. C. Physicochemical, crystallinity, pasting and morphological properties of bean starch oxidised by different concentrations of sodium hypochlorite. **Food Chemistry**, v. 131, n. 4, p. 1255–1262, 2012.

VATANASUCHART, N.; NAIVIKUL, O.; CHAROENREIN, S.; SRIROTH, K. Molecular properties of cassava starch modified with different UV irradiations to enhance baking expansion. **Carbohydrate Polymers**, v. 61, n. 1, p. 80–87, 2005.

VILLADA, H. S.; NARVÁEZ, E. A.; ACOSTA, H. Elaboración, caracterización y envejecimiento de almidón termoplástico agrio de yuca extruido. **Alimentos Hoy**, v. 12, n. 12, p. 1–22, 2011.

WANDREY, C.; BARTKOWIAK, A.; HARDING, S. E. Materials for encapsulation. In: ZUIDAM, N. J.; NEDOVIC, V. A. (Eds.). **Encapsulation Technologies for Active Food Ingredients and Food Processing**. New York: Springer-Verlag, 2010. p. 31–100.

WANG, S.; COPELAND, L. Molecular disassembly of starch granules during gelatinization and its effect on starch digestibility: a review. **Food and Function**, v. 4, n. 11, p. 1564–1580, 2013.

WATERSCHOOT, J.; GOMAND, S. V.; FIERENS, E.; DELCOUR, J. A. Production, structure, physicochemical and functional properties of maize, cassava, wheat, potato and rice starches. **Starch - Stärke**, v. 67, n. 1–2, p. 14–29, 2015.

WILLIAMS, A. A.; ARNOLD, G. M. A comparison of the aromas of coffees characterized by conventional profiling, free-choice profiling and similar scaling methods. **Journal of the Science of Food and Agriculture**, v. 36, n. 3, p. 204–214, 1985.

YANGCHENG, H.; GONG, L.; ZHANG, Y.; JANE, J. L. Pysicochemical properties of Tibetan hull-less barley starch. **Carbohydrate Polymers**, v. 137, p. 525–531, 2016.

ZHU, F. Composition, structure, physicochemical properties, and modifications of cassava starch. **Carbohydrate Polymers**, v. 122, p. 456–480, 2015.

ANEXO A

```

/*
  SD card datalogger
  0 circuito:
  Sensores DHT22 nos pinos digitais (minPin) ate (maxPin)
  SD card ligado SPI bus:
  ** MOSI - pino 11
  ** MISO - pino 12
  ** CLK - pino 13
  ** CS - pino 4
*/

#include <SPI.h>
#include <SD.h>
#include <DHT.h>
#include <TimeLib.h>
#include <TimeAlarms.h>
#include <OneWire.h>
#include <DallasTemperature.h>

#define chipSelect 4
#define DHTTYPE DHT22
#define minPin 2
#define maxPin 2
#define INTERVALO 60 * 5
#define ONE_WIRE_BUS 3

int UVOUT = A1;
int REF_3V3 = A0;

AlarmId id;
File arqDados;

OneWire oneWire(ONE_WIRE_BUS);
DallasTemperature sensors(&oneWire);
DeviceAddress sensor1;

void setup() {
  // Abre a porta serial e aguarda dados
  Serial.begin(9600);
  while (!Serial) {
    ; // aguardando serial pronta
  }
  setTime(0, 0, 0, 1, 1, 17); // set time to Saturday 00:00:00am Jan 1 2017

  Serial.print("Inicializando SD card...");

  sensors.begin();
  // Localiza e mostra enderecos dos sensores
  Serial.println();
  Serial.println("Localizando sensores DS18B20...");
  Serial.print("Foram encontrados ");
  Serial.print(sensors.getDeviceCount(), DEC);
  Serial.println(" sensores.");
  if (!sensors.getAddress(sensor1, 0))
    Serial.println("Sensores nao encontrados !");
  Serial.print("Endereco sensor: ");
  mostra_endereco_sensor(sensor1);
  Serial.println();

  if (!SD.begin(chipSelect)) {
    Serial.println("SD Card falhou, ou não está presente.");
    return;
  }
  Serial.println("SD card inicializado.");

  id = Alarm.timerRepeat(INTERVALO, Leitura); // repete a cada 60 segundos
  pinMode(UVOUT, INPUT);
  pinMode(REF_3V3, INPUT);
}

```

```

void loop() {
    digitalClockDisplay();
    Alarm.delay(1000); // wait one second between clock display
}

void leitura() {
    String dataString = String(hour()) + ":" + String(minute()) + ":" + String(second()) + ";";
    int count = 1;
    for (int pin = minPin; pin < maxPin + 1; pin++) {
        DHT dht(pin, DHTTYPE);
        dht.begin();
        float h = dht.readHumidity();
        float t = dht.readTemperature();
        if (isnan(h) || isnan(t)) {
            Serial.println("Falha ao ler dados do sensor DHT.");
            return;
        }
        dataString += "DHT-" + String(count) + ";" + String(t) + ";" + String(h) + ";";
        count++;
    }

    int uvLevel = averageAnalogRead(UVOUT);
    int refLevel = averageAnalogRead(REF_3V3);
    float outputVoltage = 3.3 / refLevel * uvLevel;
    float uvIntensity = mapfloat(outputVoltage, 0.99, 2.8, 0.0, 15.0); //Convert the voltage to a UV intensity level
    dataString += "UV-1;" + String(uvIntensity) + ";";

    sensors.requestTemperatures();
    float tempC = sensors.getTempC(sensor1);
    dataString += "Dallas-1;" + String(tempC) + ";";

    arqDados = SD.open("datalog.txt", FILE_WRITE);
    if (arqDados) {
        arqDados.println(dataString);
        arqDados.close();
        Serial.println(dataString);
    }
    else {
        Serial.println("Erro abrindo datalog.txt");
    }
}

void digitalClockDisplay() {
    Serial.print(hour());
    printDigits(minute());
    printDigits(second());
    Serial.println();
}

void printDigits(int digits) {
    Serial.print(":");
    if (digits < 10)
        Serial.print('0');
    Serial.print(digits);
}

int averageAnalogRead(int pinToRead)
{
    byte numberOfReadings = 8;
    unsigned int runningValue = 0;

    for (int x = 0 ; x < numberOfReadings ; x++)
        runningValue += analogRead(pinToRead);
    runningValue /= numberOfReadings;

    return (runningValue);
}

float mapfloat(float x, float in_min, float in_max, float out_min, float out_max)
{
    return (x - in_min) * (out_max - out_min) / (in_max - in_min) + out_min;
}

void mostra_endereco_sensor(DeviceAddress deviceAddress)
{
    for (uint8_t i = 0; i < 8; i++)
    {
        if (deviceAddress[i] < 16) Serial.print("0");
        Serial.print(deviceAddress[i], HEX);
    }
}

```

ANEXO B

Ficha de Avaliação

ANÁLISE DESCRITIVA POR ORDENAÇÃO (ADO)

Nome: _____ Data: ____/____/____

Você está recebendo cinco amostras de biscoito de polvilho. Por favor, avalie as amostras quanto aos atributos listados abaixo e coloque-as em ordem crescente de intensidade de cada um desses atributos.

Aparência: EXPANSÃO - _____ +

Aparência: COR AMARELA - _____ +

Odor: RANÇO - _____ +

Odor: POLVILHO - _____ +

Sabor: GORDURA - _____ +

Sabor: POLVILHO - _____ +

Textura: DUREZA - _____ +

Residual: GORDURA - _____ +

AGRUPAMENTOS	ATRIBUTOS	EXTREMOS DAS ESCALAS
Aparência	Expansão	Forte: Biscoito de polvilho marca Ofir Fraco: Rosquinha doce sabor coco
	Cor amarela	Forte: Massa de pastel frita em óleo Fraco: Biscoito de polvilho Supermercado Tozetto
Odor	Ranço	Forte: Óleo velho Fraco: Óleo novo
	Polvilho	Forte: Polvilho Azedo Fraco: Polvilho Doce
Sabor	Gordura	Forte: Massa de pastel frita em óleo Fraco: Biscoito de polvilho marca Ofir
	Polvilho	Forte: Biscoito de polvilho marca Saboritos Fraco: Biscoito de polvilho Supermercado Tozetto
Textura	Dureza	Forte: Biscoito amanteigado caseiro Fraco: Biscoito de polvilho marca Ofir
Residual	Gordura	Forte: Massa de pastel frita em óleo Fraco: Biscoito de polvilho Supermercado Tozetto

Muito obrigada! Sua participação é fundamental no desenvolvimento desse projeto!