

EDUARDO PEREIRA DOMENEZ

**PROPRIEDADES TECNOLÓGICAS DE AMIDO E  
FARINHA DE ARROZ TRATADOS POR ANNEALING**

Dissertação apresentada a  
Universidade Federal de Viçosa, como  
parte das exigências do Programa de  
Pós-Graduação em Ciência e  
Tecnologia de Alimentos, para  
obtenção de título de *Magister  
Scientiae*.

VIÇOSA  
MINAS GERAIS – BRASIL

2016

**Ficha catalográfica preparada pela Biblioteca Central da  
Universidade Federal de Viçosa - Câmpus Viçosa**

T

D668p  
2016 Domenez, Eduardo Pereira, 1985-  
Propriedades tecnológicas de amido e farinha de arroz  
tratados por annealing / Eduardo Pereira Domenez. - Viçosa,  
MG, 2016.  
xviii, 67f. : il. (algumas color.) ; 29 cm.

Inclui apêndices.

Orientador : Mônica Ribeiro Pirozi.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de  
Viçosa.

Referências bibliográficas: f.59-65.

1. Amido. 2. Farinha de arroz. 3. Alimentos sem glúten.  
4. Alimentos - Composição. 5. . I. Universidade Federal de  
Viçosa. Departamento de Tecnologia de Alimentos.  
Programa de Pós-graduação em Ciência e Tecnologia de  
Alimentos. II. Título.

CDD 22 ed. 664.2

EDUARDO PEREIRA DOMENEZ

**PROPRIEDADES TECNOLÓGICAS DE AMIDO E FARINHA  
DE ARROZ TRATADOS POR *ANNEALING***

Dissertação apresentada a Universidade Federal de Viçosa, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, para obtenção de título de *Magister Scientiae*.

APROVADA: 30 de novembro de 2016

---

Edimar Aparecida Filomeno Fontes  
(Coorientadora)

---

Frederico Augusto Ribeiro de Barros  
(Coorientador)

---

Érica Nascif Rufino Vieira

---

Mônica Ribeiro Pirozi  
(Orientadora)

Aos meus pais,  
Aos meus amigos,  
Dedico

“Coragem é a resistência ao medo, domínio do medo, e não a ausência do medo.”

(Mark Twain)

## AGRADECIMENTO

Aos meus pais, Roberto e Marta e ao meu irmão Lucas pelo apoio e incentivo durante esta jornada.

À Universidade Federal de Viçosa e ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos pela oportunidade de realização deste curso.

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), pelo apoio financeiro.

À minha orientadora e amiga Mônica Ribeiro Pirozi, por todas as palavras de carinho e puxões de orelhas, sempre vindos nas horas certas. Pela orientação e ensinamentos, se tornando o maior exemplo de profissional que quero ser.

Aos professores Edimar Aparecida Filomeno Fontes e Frederico Barros pela coorientação e disposição em dividir seus conhecimentos contribuindo para o enriquecimento deste trabalho.

À professora Érica Nascif pela disponibilidade, sugestões e participação na banca examinadora.

Aos funcionários do Departamento de Tecnologia de Alimentos (DTA/UFV), por estarem sempre dispostos a ajudar.

À Sâmara e ao Laboratório de Nutrição Experimental (NUT/UFV) pelo auxílio com a análise de amido resistente, à Cristiane e o Laboratório de Análise de Alimentos (DTA/UFV) pelas análises de proteína e gordura, ao Luciano, professor Éber e o Laboratório de Embalagens (DTA/UFV) pelas análises de DSC, e ao Laboratório de Mineralogia (DPS/UFV) pela análise de cristalinidade.

Aos amigos do Laboratório de Pesquisa em Cereais (LAFA) e Laboratório de Panificação e Massas, Thalles, Oscar, Genilson, Roberta, Lívia, Rana, Bruna, Michelle, Ana Paula e Juliana pela amizade, apoio e momentos de descontração.

Aos meus grandes amigos Ester, Gustavo, Arthur e Pedro, que sempre me incentivaram, me ouviram, e não mediram esforços para que eu estivesse bem e pudesse concluir este trabalho.

A todos que participaram direta e indiretamente na realização deste trabalho, e todos que estão torcendo pelo meu sucesso.

Agradeço.

## **BIOGRAFIA**

Eduardo Pereira DOMENEZ, filho de Roberto Rabaneda DOMENEZ e Marta Amália Pereira DOMENEZ, nasceu em São Caetano do Sul, São Paulo, em nove de junho de 1985. Engenheiro de Alimentos formou-se em janeiro de 2010, na Universidade Federal de Viçosa (UFV), Minas Gerais. Trabalhou em indústria de laticínios em 2010 e empresa de consultoria em gestão em 2011. Ingressou no Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos no Departamento de Tecnologia de Alimentos (DTA) da Universidade Federal de Viçosa (UFV) em agosto de 2013.

## SUMÁRIO

AGRADECIMENTO .....	iv
BIOGRAFIA .....	vi
LISTA DE FIGURAS .....	x
LISTA DE TABELAS.....	xii
LISTA DE ABREVIACES E SBOLOS .....	xiv
RESUMO .....	xv
ABSTRACT.....	xvii
1 INTRODUO E JUSTIFICATIVA .....	1
2 OBJETIVOS .....	3
2.1 Objetivo Geral .....	3
2.2 Objetivos Especficos .....	3
3 REVISO DE LITERATURA .....	4
3.1 Arroz: produo e consumo .....	4
3.2 Farinha de arroz.....	4
3.2.1 Composio qumica da farinha de arroz .....	4
3.2.2 Mtodos de produo da farinha de arroz.....	6
3.2.3 Utilizao da farinha de arroz.....	7
3.3 Amido de arroz.....	8
3.3.1 Extrao de amido do arroz .....	11
3.4 Propriedades de amido e farinha de arroz .....	12
3.4.1 Amido resistente.....	17
3.5 Amidos modificados .....	19
3.6 <i>Annealing</i> .....	21
3.6.1 Propriedades do amido tratado por annealing.....	23
3.6.2 Metodologias de obteno do annealing .....	26
3.6.3 Annealing em amido e farinha de arroz.....	28

4	MATERIAIS E MÉTODOS.....	30
4.1	Local de experimentação.....	30
4.2	Materiais.....	30
4.3	Delineamento experimental.....	30
4.4	Preparação das amostras.....	31
4.4.1	Extração de amido.....	31
4.4.2	Tratamento de farinha e amido de arroz por <i>annealing</i> .....	33
4.5	Análise da composição centesimal e amido total.....	34
4.6	Distribuição granulométrica e tamanho médio de partícula.....	34
4.7	Capacidade de retenção de solventes.....	35
4.8	Poder de inchamento e índice de solubilidade.....	36
4.9	Propriedades termofísicas.....	36
4.10	Teor de amido resistente (AR).....	37
4.11	Cristalinidade relativa dos amidos.....	37
4.12	Capacidade de autoexpansão.....	38
4.13	Análise estatística.....	39
5	RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	40
5.1	Análises das matérias primas.....	40
5.2	<i>Composição centesimal e amido total</i> .....	40
5.3	<i>Distribuição granulométrica e Tamanho médio de partícula</i> .....	41
5.4	<i>Capacidade de retenção de solventes</i> .....	44
5.5	<i>Poder de inchamento (PI)</i> .....	45
5.6	<i>Índice de solubilidade (IS)</i> .....	47
5.7	<i>Propriedades termofísicas</i> .....	49
5.8	<i>Teor de amido resistente (AR)</i> .....	52
5.9	<i>Cristalinidade relativa das amostras de amido</i> .....	53
5.10	<i>Capacidade de autoexpansão</i> .....	54
6	CONCLUSÃO.....	57

7 EXPECTATIVAS FUTURAS.....	58
8 REFERÊNCIAS .....	59
APÊNDICE A – RESULTADO DE PODER DE INCHAMENTO.....	66
APÊNDICE B – RESULTADO DE ÍNDICE DE SOLUBILIDADE .....	67

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Representação dos principais métodos de produção de farinha de arroz e sua utilização. ....	6
Figura 2 – Representação esquematizada de amilose e amilopectina .....	9
Figura 3 – Grânulos de amido de arroz, visualizados com microscopia de varredura eletrônica (SEM), com aumento de (a) 1000x e (b) 600x. ....	9
Figura 4 – Representação dos métodos de extração industrial de amido de arroz.....	11
Figura 5 – Padrões de cristalinidade de amido. ....	13
Figura 6 – Termograma de amido de arroz determinado por DSC, sendo, $T_p$ - temperatura de pico, $T_o$ - temperatura de início de gelatinização e $T_c$ - temperatura de conclusão de gelatinização.....	15
Figura 7 – Relação entre as modificações de calor-úmido e <i>annealing</i> com a gelatinização. ....	20
Figura 8 – Diagrama esquemático representando a organização de duplas hélices antes e depois do <i>annealing</i> . ....	22
Figura 9 – Modelo de reorganização do <i>annealing</i> por difusão de deslizamento (" <i>sliding diffusion</i> ")......	23
Figura 10 – Representação esquemática das etapas do projeto .....	31
Figura 11 – Fluxograma de extração de amido de arroz .....	32
Figura 12 – Esquema do tratamento de farinha e amido de arroz por <i>annealing</i> , onde $T^*$ é 50°C para amido, e 50°C e 60°C para farinha.....	33

Figura 13 – Difratoograma de amido, sendo $\alpha$ a área cristalina e $\beta$ a área amorfa. .....	38
Figura 14 - Distribuição granulométrica de amido de arroz tratado ou não com <i>annealing</i> .....	42
Figura 15 - Distribuição granulométrica de farinha de arroz tratadas ou não com <i>annealing</i> .....	43
Figura 16 - Poder de inchamento de amido de arroz tratado ou não por <i>annealing</i> .....	46
Figura 17 - Poder de inchamento de farinha de arroz tratada ou não por <i>annealing</i> .....	47
Figura 18 - Índice de solubilidade de amido de arroz tratado ou não por <i>annealing</i> .....	48
Figura 19 - Índice de solubilidade de farinha de arroz tratada ou não por <i>annealing</i> .....	49
Figura 20 – Massas expandidas de farinha de arroz tratadas ou não por <i>annealing</i> , sendo FC = farinha de arroz - controle, FA50= farinha de arroz - <i>annealing</i> a 50°C e FA60= farinha de arroz - <i>annealing</i> 60°C. ....	56

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Percentual da composição centesimal média de farinha de diferentes variedades de arroz, em base seca. ....	5
Tabela 2 – Percentual da composição centesimal média da farinha de arroz produzida por diferentes métodos, em base seca. ....	5
Tabela 3 – Classificação do tipo de grão de arroz em função do teor de amilose. ....	10
Tabela 4 - Classificação de amido resistente .....	17
Tabela 5 – Principais modificações químicas e físicas em amido, suas principais características e aplicações. ....	19
Tabela 6 – Estudos realizados com <i>annealing</i> em diversas fontes e seus parâmetros. ....	26
Tabela 7 – Composição centesimal e amido total em farinha e amido de arroz, expresso em base seca (bs).....	40
Tabela 8 – Tamanho médio de partícula para as amostras de amido de arroz tratada ou não por <i>annealing</i> .....	41
Tabela 9 – Tamanho médio de partícula para as amostras de farinha de arroz tratada ou não por <i>annealing</i> .....	43
Tabela 10 – Capacidade de retenção de solventes em amido de arroz tratado ou não por <i>annealing</i> , em porcentagem. ....	44
Tabela 11 – Capacidade de retenção de solventes em amostras de farinha de arroz tratada ou não por <i>annealing</i> , em porcentagem. ....	45

Tabela 12 – Propriedades termofísicas de amostras de amido de arroz tratadas ou não por <i>annealing</i> .....	50
Tabela 13 – Propriedades termofísicas de amostras de farinha de arroz tratadas ou não por <i>annealing</i> .....	51
Tabela 14 – Teor de amido resistente nas amostras de amido de arroz tratada ou não por <i>annealing</i> .....	52
Tabela 15 – Teor de amido resistente nas amostras de farinha de arroz tratada ou não por <i>annealing</i> .....	53
Tabela 16 – Cristalinidade relativa do amido de arroz tratados ou não por <i>annealing</i> .....	54
Tabela 17 – Propriedades de autoexpansão das amostras de amido de arroz tratados ou não por <i>annealing</i> .....	55
Tabela 18 – Propriedades de autoexpansão das amostras de farinha de arroz tratadas ou não por <i>annealing</i> .....	55

## LISTA DE ABREVIações E SÍMBOLOS

<b>AM</b>	Amilose
<b>AP</b>	Amilopectina
<b>AR</b>	Amido resistente.
<b>bs</b>	Base seca
<b>CRagua</b>	Capacidade de retenção de água
<b>CRacido</b>	Capacidade de retenção de solução de ácido láctico (5%)
<b>CRbase</b>	Capacidade de retenção de solução de carbonato de cálcio (5%)
<b>CRS</b>	Capacidade de retenção de solventes
<b>DSC</b>	Calorímetro diferencial de varredura
<b><math>\Delta H</math></b>	Entalpia
<b>IS</b>	Índice de solubilidade
<b>PI</b>	Poder de inchamento
<b>Tc</b>	Temperatura de Conclusão de Gelatinização
<b>Tg</b>	Temperatura de Transição Vítrea
<b>To</b>	Temperatura Inicial de Gelatinização
<b>Tp</b>	Temperatura de Pico

## RESUMO

DOMENEZ, Eduardo Pereira, M.Sc., Universidade Federal de Viçosa, novembro de 2016. **Propriedades tecnológicas de amido e farinha de arroz tratados por *annealing***. Orientador: Mônica Ribeiro Pirozi. Coorientadores: Edimar Aparecida Filomeno Fontes e Frederico Augusto Ribeiro de Barros.

Indicados a pessoas com doença celíaca, os produtos sem glúten apresentam desafios tecnológicos para sua produção, dada a perda da propriedade de retenção de gases da massa. A farinha de arroz, a principal matéria-prima na produção de pães e outros produtos sem glúten, tem como seu principal constituinte o amido, um carboidrato passível de modificação. *Annealing* é uma modificação hidrotérmica que reorganiza o grânulo de amido, elevando suas temperaturas de gelatinização e teor de amido resistente, além de ser um dos responsáveis pela capacidade de autoexpansão ao forno. Apesar de poucos estudos, a farinha de arroz modificada com *annealing* poderia ser aplicada como um substituto do trigo mais adequado na elaboração de produtos de panificação destinados às pessoas intolerantes ao glúten. O objetivo deste trabalho foi avaliar as alterações físicas e tecnológicas em amido e farinha de arroz tratados por *annealing*. Farinha de arroz comercial foi utilizada na extração de amido. Os dois materiais (farinha e amido) foram tratados com excesso de água pelo período de 16h, sob temperaturas de 50°C para o amido de arroz, e 50°C e 60°C para farinha. As propriedades analisadas foram capacidade de retenção de solventes, poder de inchamento, índice de solubilidade, propriedades termofísicas e capacidade de autoexpansão, além do teor de amido resistente. Para o amido de arroz ainda foi avaliado a cristalinidade relativa. O *annealing* não alterou a cristalinidade relativa do amido, e presume-se que o tratamento afetou a reorientação das cadeias glicosídicas. Quando submetidos ao *annealing* a 50°C, farinha e amido de arroz apresentaram características similares, como a diminuição do poder de inchamento, elevação das temperaturas de gelatinização. A capacidade de retenção de solventes, índice de solubilidade, teor de amido resistente e capacidade de autoexpansão não foram afetados, enquanto a entalpia se elevou apenas na farinha. Possivelmente, o tratamento exclusivamente por

*annealing* foi insuficiente para induzir as alterações físico-químicas necessárias ao mecanismo de autoexpansão. A farinha de arroz tratada por *annealing* a 60°C apresentou características de gelatinização parcial, possivelmente por ser muito próxima a temperatura de início de gelatinização. O amido não precisa ser isolado da farinha para sofrer o *annealing*, mas o tratamento da farinha deve ser mais prolongado e combinado com outros tipos de modificação físicas e químicas, a fim de incrementar sua capacidade de autoexpansão.

## ABSTRACT

DOMENEZ, Eduardo Pereira, M.Sc., Universidade Federal de Viçosa, November, 2016. Technological properties of starch and rice flour treated by annealing. Adviser: Mônica Ribeiro Pirozi. Co-advisers: Edimar Aparecida Filomeno Fontes and Frederico Augusto Ribeiro de Barros.

Indicated for people with coeliac disease, gluten-free products pose as a technological challenge, given the gluten free doughs inability to retain gas. Rice flour, the main raw material in the production of breads and other gluten free products, is composed primarily of starch, which can be modified to achieve distinct functionalities. Annealing is a hydrothermal modification that reorganizes the structure of the starch granule, increasing its gelatinization temperature and resistant starch content. It is also considered one of the main phenomena imparting self-expanding capacity in sour starch. Although it has not been extensively studied, annealing treated rice flour could be used as a suitable wheat replacer in the manufacture of bakery products for gluten sensitive people and coeliac disease patients. The objective of this work was to evaluate the physical and technological alterations in starch and rice flour treated by annealing. Commercial rice flour was used in the extraction of starch. The two materials (flour and starch) were treated with excess water for a period of 16h, under temperatures of 50 °C for rice starch, and 50 °C and 60 °C for the rice flour. Solvent retention capacity, swelling power, solubility index, thermophysical properties and expansion capacity of treated and untreated rice flours and starches were analyzed, as well as their resistant starch content. Relative crystallinity was also evaluated for rice starch. Annealing did not alter the relative crystallinity of the starch, thus neither new glycosidic bonds nor stronger ones were formed. We presumed that the annealing affected the reorientation of the glycosidic bonds. When subjected to annealing at 50 °C, flour and rice starch presented similar characteristics, such as the decrease in the swelling power, and decrease in the gelatinization temperature. Solvent retention capacity, solubility index, starch content and expansion capacity were not affected, while enthalpy increased only in the flour. Possibly, the annealing treatment alone was insufficient to induce the physico-chemical changes

required to develop the self-expansion ability. The rice flour that underwent annealing at 60 °C showed partial gelatinization characteristics, possibly because the treatment temperature was too close to its gelatinization temperature. Starch does not need to be extracted from the flour to undergo annealing, but the treatment of flour should be longer and combined with other types of physical and chemical modification in order to increase its capacity for self-expansion.

## 1 INTRODUÇÃO E JUSTIFICATIVA

Produtos sem glúten são originalmente destinados a pessoas com doença celíaca, sendo uma dieta restritiva a principal forma de controle desta doença. Contudo, pães, bolos, biscoitos e massas alimentícias produzidos sem esta proteína demandam grandes desafios tecnológicos, por perder as propriedades do glúten, como a formação de uma rede proteica capaz de reter de gases. Por exemplo, pães sem glúten normalmente apresentam baixo volume, miolo colapsado e ausência de crosta, características indesejadas a este produto.

Diversos trabalhos são realizados com o objetivo de melhorar as características de produtos sem glúten. A utilização de gomas e emulsificantes visa replicar a capacidade retenção de gases, enquanto outros estudos são destinados a avaliar as características tecnológicas provenientes de outras fontes botânicas, como mandioca, milho, quinoa e arroz, para que haja sua substituição nos produtos sem glúten.

A farinha de arroz é o ingrediente mais utilizado na produção de pães, bolos, massas alimentícias e biscoitos sem glúten, devido sua rápida digestão, seu sabor agradável, baixa alergenicidade e ausência de glúten. Seu principal constituinte é o amido, um carboidrato com diferentes aplicações industriais e características distintas conforme, principalmente, a fonte botânica do qual foi extraído. Apesar disso, os amidos naturais podem não ter as propriedades tecnológicas requeridas para determinado produto, fato este que levou ao desenvolvimento de vários tipos de modificações no amido. Dessa maneira, modificar o amido presente na farinha de arroz pode melhorar as características desejáveis à produção de pães sem glúten.

O *annealing* é uma modificação física hidrotérmica que confere aos grânulos de amido maior cristalinidade e mudanças nas temperaturas de gelatinização, sem alteração de seu formato. Esta modificação é uma das responsáveis pela propriedade de autoexpansão de polvilho azedo quando submetido ao forno, conferindo um maior volume ao produto assado.

Em cereais como o arroz, o *annealing* é estudado majoritariamente no amido isolado (após a extração), e com enfoque na produção de *noodles*. Essa modificação, se aplicada diretamente na farinha de arroz, poderá induzir autoexpansão, abrindo novas oportunidades de estudos para a melhoria de baixo volume e falta retenção de gases em pães sem glúten e outros produtos.

Este trabalho visa estudar a aplicação do *annealing* em farinha de arroz e avaliar suas propriedades, além de verificar a capacidade de autoexpansão em amido e farinha de arroz com este tratamento.

## 2 OBJETIVOS

### 2.1 Objetivo Geral

Avaliar as alterações físicas e tecnológicas do amido e da farinha de arroz submetidos ao *annealing*.

### 2.2 Objetivos Específicos

- Testar uma metodologia de laboratório no tratamento por *annealing* em farinha e amido de arroz, utilizando 50°C para amido e 50°C e 60°C para farinha;
- Determinar o tamanho médio de partícula do amido e farinha de arroz, antes e após o tratamento por *annealing*;
- Avaliar a capacidade de retenção de solventes para amido e farinha de arroz, antes e após o tratamento por *annealing*;
- Avaliar o poder de inchamento e índice de solubilidade no amido e na farinha de arroz não tratados e submetidos ao *annealing*;
- Avaliar as propriedades termofísicas do amido e farinhas de arroz não tratadas e submetidas ao tratamento de *annealing*, por calorimetria diferencial de varredura;
- Avaliar a quantidade de amido resistente no amido e na farinha de arroz não tratados e submetidos ao *annealing*.
- Determinar a cristalinidade do amido de arroz não tratado e submetidos ao tratamento de *annealing*, por difratometria de raios-X;
- Avaliar a capacidade de autoexpansão no amido e na farinha de arroz não tratados e submetidos ao *annealing*.

### **3 REVISÃO DE LITERATURA**

#### **3.1 Arroz: produção e consumo**

O arroz é um cereal importante na nutrição humana, sendo responsável por 27% do fornecimento de energia e 20% das proteínas consumidas pelo homem, segundo dados da FAO (2004). Em termos econômicos, o arroz alcançou em 2013 uma produção de mais de 740 milhões de toneladas, sendo a terceira maior commodity produzida no mundo, perdendo apenas para cana de açúcar e milho. Destes, 12 milhões de toneladas foram produzidas no Brasil, ocupando o 9º lugar entre os produtores mundiais, atrás apenas de países asiáticos. Os maiores produtores são China, Índia e Indonésia com produção de 203, 159 e 71 milhões de toneladas, respectivamente (FAOSTAT, 2014).

Apesar de principalmente consumido como grão polido, o arroz dá origem a diversos produtos industrialmente processados, como *noodles*, snacks expandidos, amido de arroz, alimentos para bebês e farinha. Inserida no mercado consumidor em quantidades modestas, a farinha possui grande aplicação na indústria de alimentos, devido sua rápida digestão, baixo índice glicêmico, baixa alergenicidade, sabor agradável e ausência de glúten (FARINHAS, 2008).

#### **3.2 Farinha de arroz**

##### **3.2.1 Composição química da farinha de arroz**

A composição química da farinha de arroz costuma ser igual ao arroz do qual foi originado, de modo que a utilização de variedades distintas, condições do cultivo, tais como estação do ano, altitude e localização podem alterar a composição da farinha de arroz. Na Tabela 1, observa-se a composição centesimal média da farinha de diferentes variedades de arroz.

Tabela 1 – Percentual da composição centesimal média de farinha de diferentes variedades de arroz, em base seca.

Componente	Variedade		
	IRGA 417	Sasanishiki	Motti
<b>Carboidratos</b>	90,00	92,16	90,83
<b>Proteínas</b>	8,42	6,62	8,13
<b>Lipídeos</b>	0,66	0,78	0,72
<b>Minerais</b>	0,92	0,44	0,32

Fonte: ZAVARESE *et al.*, 2009

Além disso, alguns fatores durante a produção da farinha afetam sua composição. Trabalhos sobre o efeito da granulometria indicaram que farinhas de arroz com menor tamanho de partícula apresentam uma diminuição no teor de proteínas e elevação na quantidade de minerais (QIAN e ZHANG, 2013). Estudos comparando tipos de moagem demonstraram que a quantidade de proteínas solúveis, lipídeos, cinzas e amilose diminuíram em farinhas de arroz moídas por via úmida (LEEWATCHARARONGJAROEN e ANUNTAGOOL, 2016) (Tabela 2). Bhattacharya (2011) e Qian e Zhang (2013) relatam que esta perda de compostos em moagem via úmida e semiúmida se deve a lixiviação ou solubilização destes componentes.

Tabela 2 – Percentual da composição centesimal média da farinha de arroz produzida por diferentes métodos, em base seca.

Componente	Moagem via úmida	Moagem via seca
<b>Carboidratos</b>	92,75	91,00
<b>Proteínas</b>	6,50	7,50
<b>Lipídeos</b>	0,50	0,70
<b>Minerais</b>	0,25	0,80

Fonte: adaptado de LEEWATCHARARONGJAROEN e ANUNTAGOOL, 2016.

### 3.2.2 Métodos de produção da farinha de arroz

O baixo valor comercial dos grãos quebrados de arroz incentiva seu uso na produção de farinha, visto que 4% a 40% do arroz beneficiado pode resultar em quebra, dependendo da qualidade do cereal e do maquinário utilizado (ROSELL e MARCO, 2008). Além disso, a farinha pode ser feita também a partir de grãos inteiros, integrais e parboilizados (BHATTACHARYA, 2011).

Industrialmente são utilizados três métodos de moagem para a obtenção de farinha de arroz (Figura 1). Na moagem via seca, o grão é moído diretamente em moinhos de impacto, como moinhos de martelo. A via úmida ocorre com o encharcamento dos grãos de arroz por um período aproximado de 1h. Os grãos são triturados na presença da água de encharcamento e posteriormente seco. Já a via semiúmida se difere da moagem via úmida pela drenagem do excesso de água antes da etapa de moagem (QIAN e ZHANG, 2013).

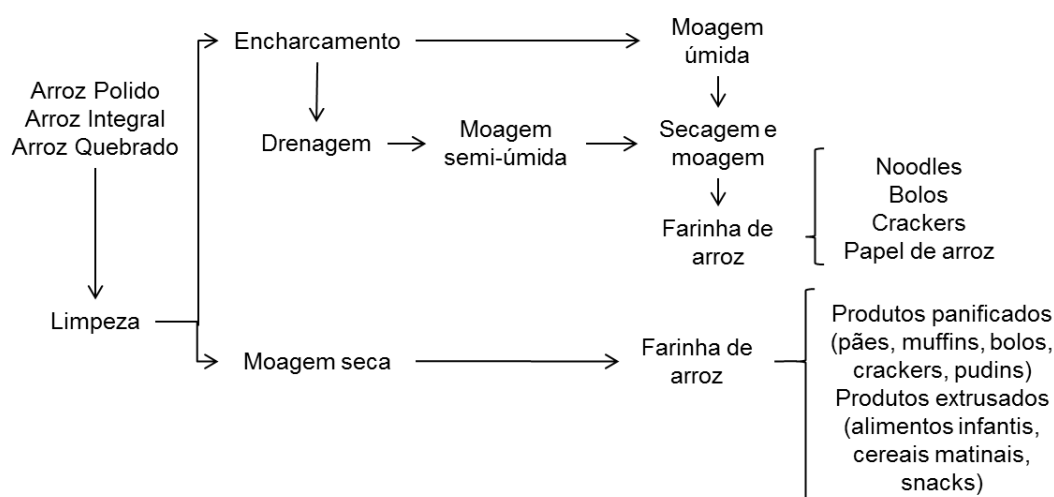


Figura 1 – Representação dos principais métodos de produção de farinha de arroz e sua utilização.

Fonte: adaptado de Bhattacharya (2011)

A farinha de arroz oriunda das moagens úmida e semiúmida têm como característica um produto com menor teor de amido danificado e com aspecto mais brilhante e branco, sendo desejável a produtos tradicionais asiáticos, como *noodles* (macarrão instantâneo) e bolo japonês. Devido ao maior tempo requerido na etapa de secagem, o custo destes métodos inviabiliza seu uso em produtos que utilizam grandes quantidades de farinha para sua produção, como na panificação, alimentos infantis e produtos extrusados. Para tal objetivo, é utilizada preferencialmente farinhas de arroz provenientes de moagem via seca (BHATTACHARYA, 2011).

Independentemente do método utilizado, o tipo de moinho também pode conferir características distintas ao produto, devido a variações no tamanho de partícula e teor de amido danificado. O moinho de rolos, por exemplo, gera farinhas de granulometria média, com boa utilização para produtos panificados, enquanto a partículas mais grosseiras, resultantes de moinho de *Burr* (moinho de rebarba, um tipo de moedor de café) produz pães de pior qualidade (ROSELL e MARCO, 2008). Moinho de martelo fabrica uma farinha fina, porém com muito amido danificado, indicada apenas na produção de bolos (BHATTACHARYA, 2011; ROSELL e MARCO, 2008).

### **3.2.3 Utilização da farinha de arroz**

A farinha de arroz é usada como ingrediente para produtos infantis, snacks, doces, cereais matinais, *noodles* e produtos panificados. Além disso, pode ser utilizada como agente de crocância em salgados fritos, fonte de carboidratos em hidratantes orais e pó antiaderente em biscoitos e pizzas pré-assadas. Ainda a farinha de arroz é usada em diversas regiões do mundo, na fabricação de *noodles* no Japão e China e na produção de *puttu* e *appam*, produtos típicos da Índia, como exemplos (BAO e BERGMAN, 2009). Como o amido é o maior constituinte da farinha de arroz, ambos podem ser utilizados nas mesmas funções.

Dentre as farinhas de cereais, a de arroz é a mais adequada a substituir a de trigo em produtos sem glúten, por causa de seu sabor suave, brancura e

alta digestibilidade. Tem propriedades hipoalergênicas devido a seus carboidratos de fácil digestão e baixos teores de sódio e proteínas, dentre elas a prolamina. Contudo, essa proteína de reserva da farinha de arroz é insolúvel e não forma uma massa viscoelástica capaz de reter o gás carbônico produzido pelas leveduras durante a fermentação de pães. Tais peculiaridades conferem alguns problemas tecnológicos a seus produtos, principalmente baixos volume e miolo compacto, indesejáveis nos pães convencionais, fabricados com trigo (ROSELL e MARCO, 2008).

A incorporação de outras farinhas e o uso de aditivos são as principais estratégias para contornar os problemas tecnológicos dos produtos isentos de glúten. Trabalhos com transglutaminase aliado a uma fonte externa de proteínas (leite, soja) demonstram a formação de uma rede proteica com as proteínas da farinha de arroz, ainda que não simule todas as funcionalidades do glúten de trigo. A adição de agentes estruturantes como gomas e hidrocolóides proporciona bons resultados de volume com a concentração máxima de 1%. Apesar da aparência e textura do miolo serem indesejáveis sensorialmente, há relatos de melhora quando se adicionam óleos vegetais (ROSELL e MARCO, 2008).

### **3.3 Amido de arroz**

Utilizado como a principal fonte de reserva em plantas superiores, o amido é constituído de dois carboidratos, amilose (AM) e amilopectina (AP). Amilose é um polímero essencialmente linear formado por moléculas de glicose ligadas por ligações  $\alpha$ -1,4, enquanto amilopectina é um polímero de glicose altamente ramificado, com ligações  $\alpha$ -1,6 em suas ramificações (BEMILLER e HUBER, 2010) (Figura 2). Essas moléculas se dispõem radialmente ao redor de um ponto, chamado de hilo, formando um grânulo semicristalino (CEREDA, 2001).

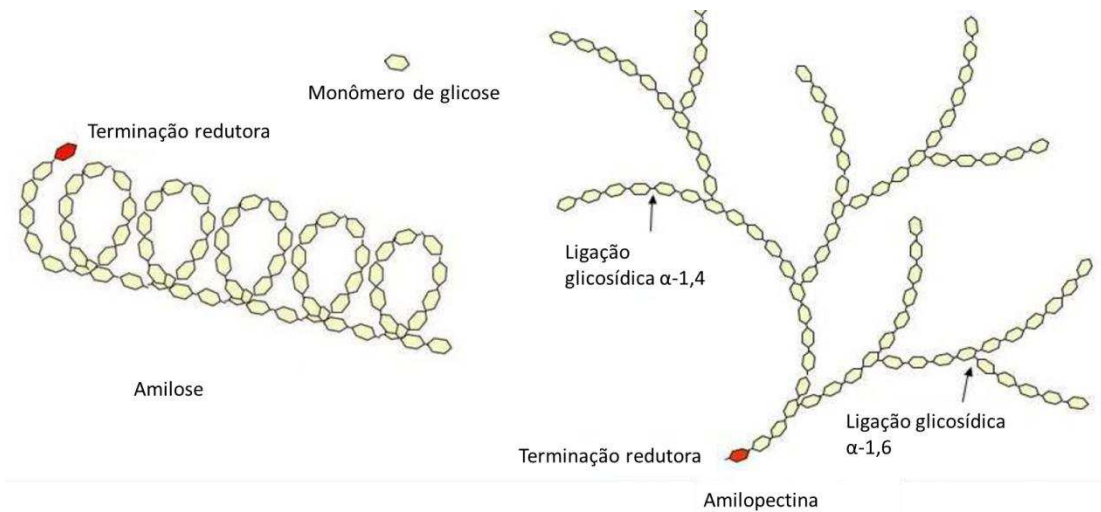


Figura 2 – Representação esquematizada de amilose e amilopectina

O arroz possui os menores grânulos de amido dentre os cereais, com tamanhos variando entre 3  $\mu\text{m}$  e 8  $\mu\text{m}$  (BAO e BERGMAN, 2009). Seu formato é poliédrico ou irregular, disposto em grânulos compostos esféricos de 150  $\mu\text{m}$ , como demonstrado na Figura 3 (TESTER, KARKALAS e QI, 2004). Esta característica confere ao amido propriedades de elevada dispersão e encapsulação de solutos com liberação lenta, com aplicações na indústria têxtil, cosmética e de tintas de impressão. O amido de arroz é também bastante utilizado na fabricação de molhos e pudins, dada a sua brancura e sabor suave (MITCHELL, 2009).

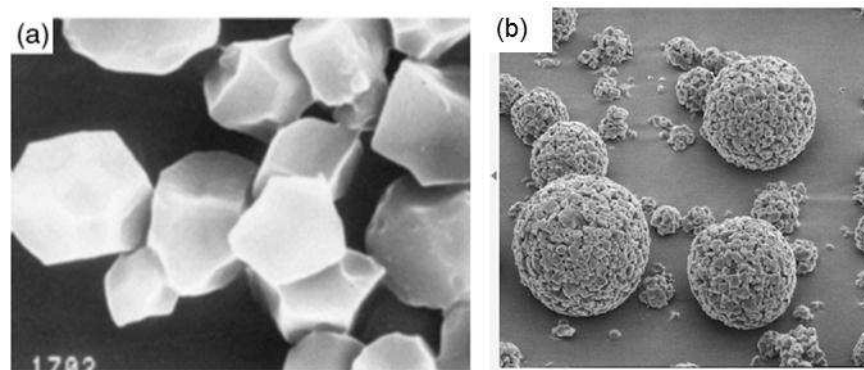


Figura 3 – Grânulos de amido de arroz, visualizados com microscopia de varredura eletrônica (SEM), com aumento de (a) 1000x e (b) 600x.

Fonte: (a) QIAN e ZHANG, 2013; (b) THOMAS e ATWELL, 1999.

Apesar da proporção de amilose e amilopectina em arroz ser próxima de 25% e 75%, respectivamente, existe variedades com outras proporções (Tabela 3), conferindo características distintas.

Tabela 3 – Classificação do tipo de grão de arroz em função do teor de amilose.

Classificação	Teor de amilose (%)
Ceroso	1 a 2
Baixo teor	7 a 20
Teor médio ou intermediário	20 a 25
Alto teor	25 a 40

Fonte: Mason (2009).

A textura é controlada em sua maior parte pela quantidade de amilose, conferindo as pastas de amido de arroz a maior diversificação dentre as outras principais culturas, indo deste a resiliência dos *noodles* até a baixa gomosidade de biscoitos de arroz. Arroz ceroso e de baixa amilose conferem uma sensação cremosa e lisa, sendo empregados em sorvetes e substitutos de gordura (MASON, 2009). Enquanto isso, variedades de alto teor de amilose tem a propriedade de formar géis mais duros (KONG *et al.*, 2015).

O arroz ceroso possui elevada estabilidade a congelamento e descongelamento, permitindo seu uso na forma de espessante de molhos e sopas congeladas (MASON, 2009). Ele também possui baixa absorção de óleo, sendo recomendado em massas de alimentos (MITCHELL, 2009).

Kong e colaboradores (2015) relatam que arroz com alto teor de amilose possuem índice de solubilidade elevado, enquanto variedades cerosas e de baixo teor de amilose tem poder de inchamento maiores.

### 3.3.1 Extração de amido do arroz

A produção de amido de arroz é feita industrialmente por dois métodos: tradicional e mecânico (Figura 4).

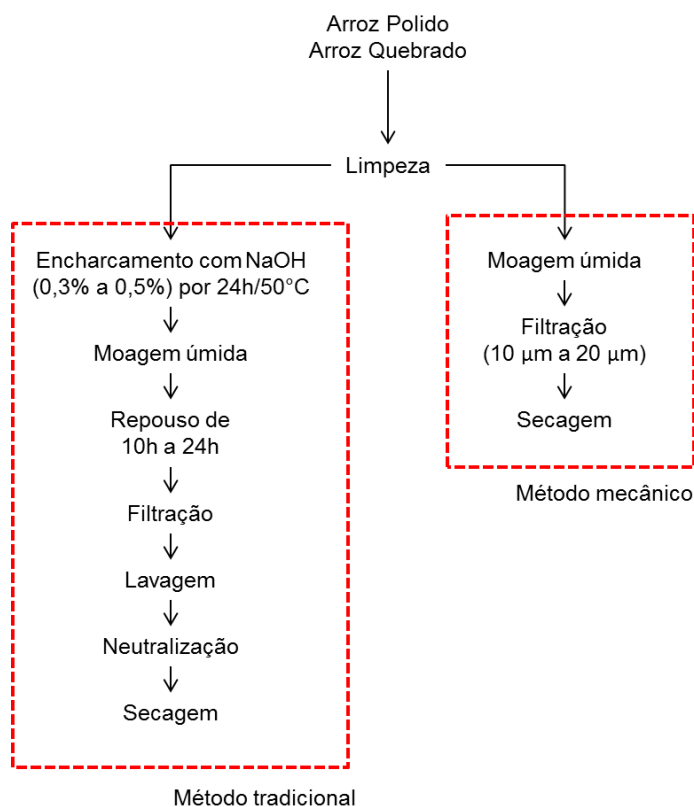


Figura 4 – Representação dos métodos de extração industrial de amido de arroz.

Fonte: MITCHELL, 2009.

O método tradicional consiste na solubilização das glutelinas presentes no arroz em meio básico. Nesse processo, o grão de arroz é mantido com soluções de hidróxido de sódio (0,3% a 0,5%) por 24h a 50°C. Posteriormente é moído via úmida na presença da solução básica e a suspensão é deixada de molho de 10h a 24h, para a solubilização das proteínas. A suspensão é filtrada, neutralizada e seca a temperaturas abaixo de 50°C, a fim de evitar a gelatinização. A principal desvantagem deste método é o tratamento do efluente alcalino produzido, encarecendo o produto final. Devido a isso, o método tradicional deixou de ser utilizado nos Estados Unidos desde 1943 (MITCHELL, 2009).

O método mecânico tem como princípio a separação por filtração do amido. A metodologia varia conforme a patente obtida, mas basicamente o grão é moído via úmida e a suspensão passa por filtros de 10 µm a 20 µm de diâmetro, com posterior secagem. Uma das vantagens deste método é que a proteína obtida possui grau alimentício, se tornando um coproduto. Além disso, pode ser empregado em arroz com diferentes teores de proteína e lipídeo e não altera as propriedades do amido. Este método só se tornou economicamente viável após 1990, com o desenvolvimento de novas tecnologias (MITCHELL, 2009).

Estudos em laboratório demonstraram que o uso de proteases teve um rendimento maior ou igual de extração de amido, quando comparado ao método tradicional (alcalino). Uma vantagem do uso de enzimas foi o baixo teor de amido danificado encontrado (WANG e WANG, 2001). Wang e Wang (2004) avaliaram a combinação de protease com ultrassom de alta intensidade, chegando a resultados satisfatórios de rendimento e qualidade de amido extraído com digestão neutra de protease por 2h, seguida por sonicação por 15 min a 50% de amplitude.

Nos amidos industriais é comum a presença de resíduos de matéria graxa, proteínas e minerais, provenientes do arroz dos quais foram extraídos. Os teores desses constituintes indicam a eficiência dos métodos de extração e purificação destes amidos (CEREDA, 2001).

### **3.4 Propriedades de amido e farinha de arroz**

A farinha de arroz tem como seu principal constituinte o amido, conferindo a ambos propriedades físicas e tecnológicas similares. Suas variações dependem, em linhas gerais, da variedade utilizada, método de obtenção e do uso de alguma modificação (MITCHELL, 2009).

Os amidos são considerados cristais semicristalinos, com zonas amorfas e cristalinas. Cristais ao serem irradiados por raios-X, expressam um padrão característico. Utilizando difratometria de raios-X, o amido pode apresentar

padrões de cristalinidade de três tipos (Figura 5): o padrão A, característico em cereais; tipo B, típico de tubérculos; e o tipo C, uma mistura entre os dois padrões mencionados, característico de alguns vegetais, como ervilha e feijão (THOMAS e ATWELL, 1999). Estudos revelam que a maioria das variedades de arroz apresentam padrão de difração do tipo A, com picos em  $2\theta = 15^\circ$ ,  $17^\circ$ ,  $18^\circ$  e  $23^\circ$  (CAI *et al.*, 2015; ZHENG *et al.*, 2015). Contudo, ao analisar variedades com alto teor de amilose, o padrão de difração encontrado foi do tipo C (HUANG *et al.*, 2015).

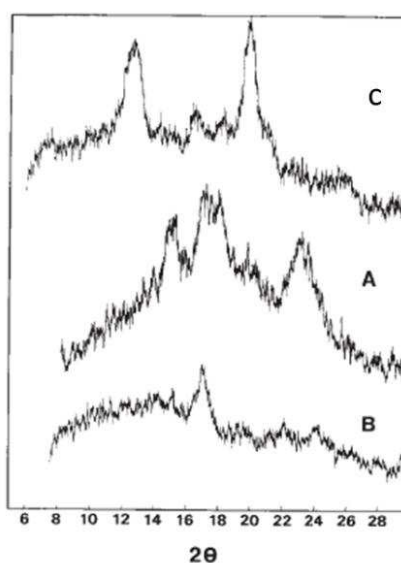


Figura 5 – Padrões de cristalinidade de amido.

Fonte: THOMAS e ATWELL, 1999.

Com a utilização de difratometria de raios-X é possível também obter a cristalinidade relativa, relacionando as áreas cristalina e amorfa. Estudos com variedades de arroz obtiveram cristalinidade relativa entre 25% e 45%, variando conforme o teor de amilose e o tamanho das cadeias laterais da amilopectina (CAI *et al.*, 2015; KONG *et al.*, 2015). Kong e colaboradores (2015) afirmam que arrozes cerosos exibem cristalinidade relativa mais elevada que o arroz comum, reportando a correlação negativa entre o teor de amilose e o grau de cristalinidade.

Amido danificado é aquele cujo grânulo encontra-se quebrado diante uma ação mecânica. Um produto com elevados teores deste amido tem

alterações em suas propriedades, como a diminuição da entalpia de gelatinização e das propriedades de pasta e a elevação da absorção de água (QIAN e ZHANG, 2013), além de maior susceptibilidade a hidrólise enzimática (THOMAS e ATWELL, 1999). Segundo Asmeda, Noorlaila e Norziah (2015), a farinha de arroz produzida por moagem seca possui alto teor de amido danificado, uma vez que a dureza dos grãos dificulta sua pulverização.

Uma maneira de se conhecer a quantidade de amido danificado em farinha e amido de arroz é através de um método indireto, chamado de capacidade de retenção de solventes (CRS). Criado para avaliar a qualidade de farinha de trigo, a CRS tem como princípio a absorção que alguns componentes possuem a certos solventes. A CRS de ácido láctico está associada às glutelinas e suas características. CRS de carbonato de sódio (ou capacidade de retenção de água alcalina) está relacionado com a quantidade de amido danificado, enquanto CRS de glicose está com pentosamas e fibras. Já a capacidade de retenção de água reflete a absorção de todos os componentes da farinha (RAM *et al.*, 2005). Barak, Mudgil e Khatkar, (2012) observaram que frações de trigo com teores elevados de amido danificado possuíam maiores valores de CRS de carbonato de sódio. Já Mariotti e colaboradores (2016) constataram que o perfil adquirido pela CRS se mostrou bastante informativo sobre a qualidade de diferentes farinhas de trigo, correlacionados positivamente a outros testes, como de composição e farinografia.

O amido é considerável insolúvel em água. Conforme os grânulos são aquecidos e com excesso de água, as ligações entre amiloses e amilopectinas se tornam mais fracas, permitindo a entrada da água no seu interior, intumescendo e solubilizando algumas moléculas. Este processo é irreversível e pode levar a ruptura dos grânulos, extravasando o conteúdo intragranular. O poder de inchamento (PI) é uma propriedade que compara a massa do grânulo intumescido, em uma dada temperatura, em relação à massa do grânulo seco. Já o índice de solubilidade (IS) refere-se à massa de amido que foi solubilizado em uma determinada temperatura, em relação à massa do amido seco (CEREDA, 2001).

Ao estudar milho, ervilha e lentilha, Chung, Liu e Hoover (2009) observaram o aumento de PI conforme a diminuição da cristalinidade relativa. Estes autores sugerem que o PI é influenciado pela estrutura da amilopectina e pelos complexos amilose-lipídeos. PI também é afetado pelo teor de amilose e da organização granular do amido (KAUR *et al.*, 2015).

Já em estudos com 14 variedades de arroz, o IS variou de 9,5% a 88,2%, a temperatura de 85°C. Os autores afirmam que o IS é influenciado pelo teor de amilose, peso molecular de amilose e amilopectina, presença de grupos fosfato, força de ligação dentro do grânulo de amido e pela viscosidade do meio (KONG *et al.*, 2015).

O processo de inchamento e ruptura dos grânulos sob aquecimento e excesso de água é chamado de gelatinização. Uma das maneiras de se estudá-la é por meio da endoterma gerada por calorimetria diferencial de varredura (DSC) (Figura 6), permitindo conhecer as temperaturas em que ocorre a gelatinização, além da quantidade de energia necessária para romper a estrutura granular ( $\Delta H$ ) (CEREDA, 2001).

O gráfico apresenta um termograma de amido de arroz obtido por DSC. O eixo horizontal representa a temperatura em graus Celsius, variando de 45 a 105 com intervalos de 5 unidades. A curva mostra uma linha relativamente plana até aproximadamente 75°C, onde começa a descer, formando um vale. O ponto de início da queda é rotulado como T<sub>o</sub> (temperatura de início de gelatinização). O ponto de maior profundidade do vale é rotulado como T<sub>p</sub> (temperatura de pico). O ponto onde a curva começa a subir novamente é rotulado como T<sub>c</sub> (temperatura de conclusão de gelatinização). Após T<sub>c</sub>, a curva se torna plana novamente, indicando o fim do processo de gelatinização.

Figura 6 – Termograma de amido de arroz determinado por DSC, sendo, T<sub>p</sub> - temperatura de pico, T<sub>o</sub> - temperatura de início de gelatinização e T<sub>c</sub> - temperatura de conclusão de gelatinização.

Fonte: BAO e BERGMAN, 2009

Ao estudar 10 variedades de arroz, Cai e colaboradores (2015) encontraram as faixas de 55,6°C e 64,4°C, para temperatura de início de gelatinização ( $T_0$ ); 63°C e 74°C para a temperatura de pico ( $T_p$ ); 70,9°C e 79,6°C para temperatura de conclusão de gelatinização ( $T_c$ ); além de 9,0J/g a 13,0J/g para entalpia de gelatinização ( $\Delta H$ ). Estes resultados podem ser atribuídos às diferenças entre os teores de amilose, arquitetura granular, estrutura da amilopectina e distribuição no peso molecular (KONG *et al.*; 2015).

A propriedade de autoexpansão consiste na capacidade de uma massa de amido em água se expandir ao forno sem a utilização de fermentos químicos ou biológicos (AMARAL, JAIGOBIND e JAISINGH, 2007), de modo a adquirir volume elevado. Cereda e Vilpoux (2003) afirmam que tal propriedade está ligada a fermentação do amido ao secar ao sol, adquirindo características de amido modificado. Durante esta secagem, o amido mantém as condições de temperatura e umidade necessárias para que ocorra naturalmente a modificação física chamada *annealing*.

Apesar de existir estudos com milho (BERTOLINI, MESTRES e COLONNA, 2000), o único amido reconhecido por exibir esta propriedade é de mandioca, com melhores resultados para seu amido seco ao sol e fermentado natural e intencionalmente, o polvilho azedo. Não foram encontrados estudos com propriedade de autoexpansão em arroz.

Diversos trabalhos visam simular em laboratório as modificações exibidas pelo polvilho azedo, tendo como princípio a acidificação láctica e irradiação de luz ultravioleta (DEMIATE, 2000, *apud* CEREDA e VILPOUX, 2003), contudo sem sucesso. Marcon e colaboradores (2009) avaliaram a capacidade de autoexpansão entre amostras de féculas com e sem fermentação e secagem natural, em comparação ao polvilho azedo comercial. Embora os tratamentos na fécula tenham contribuído para um aumento do volume específico, estes se mantiveram cerca de 50% menor que o obtido pelo polvilho azedo comercial.

### 3.4.1 Amido resistente

Em seres humanos, o amido é hidrolisado por  $\alpha$ -amilases, gerando pequenos sacarídeos. Estes produtos são convertidos à glicose pelas enzimas maltase-glucoamilase e sucrase-isomaltase, presentes no intestino delgado (EVANS, 2016). Os amidos que não são absorvidos pelo intestino delgado em pessoas saudáveis são conhecidos como amidos resistentes (AR) (THOMAS e ATWELL, 1999).

O AR difere de amidos normais por adquirirem características de fibras alimentares, conferindo resultados benéficos à saúde humana (THOMAS e ATWELL, 1999). Estudos demonstram que o consumo regular de AR pode influenciar na prevenção de doenças gastrointestinais e cardiovasculares; redução do nível de glicose no sangue e colesterol no soro; além da modificação da microflora intestinal, com elevação do crescimento bacteriano e absorção de nutrientes (ZHENG, ZANG, ZENG, 2016).

Os amidos resistentes são classificados em cinco tipos, conforme a causa de sua resistência à ação enzimática (Tabela 4).

Tabela 4 - Classificação de amido resistente

<b>Tipo de AR</b>	<b>Descrição</b>	<b>Exemplo</b>
1	Fisicamente inacessível	Sementes e grãos
2	Amido natural	Banana verde, batatas, amidos com alto teor de amilose
3	Retrogradação ou tratamento térmico	Pasta retrogradada, batata cozida
4	Modificações químicas em amido	Amidos acetilados
5	Complexo amilose-lipídeo	Amidos não cerosos

Fonte: EVANS, 2016

O AR tipo 1 é considerado aquele amido que se encontra inacessível dentro da matriz do alimento (COLLADO e CORKE, 2003). Segundo Hayes e Jones (2016), uma moagem mais grosseira de cereais pode elevar o teor de AR1 em farinhas.

O arranjo cristalino de alguns amidos impede naturalmente a ação enzimática, denominado como AR tipo 2. Dentre todas as fontes, banana verde possui os maiores teores de AR2, variando entre 47% e 57%. No caso da batata, apesar de possuir teores elevados de AR, ela não é considerada uma boa fonte de obtenção por não ser consumida crua, gelatinizando o amido (EVANS, 2016). Amidos com alto teor de amilose, como cevada, são potenciais fontes de AR2 devido à correlação positiva entre teor de amilose e AR (COLLADO e CORKE, 2003).

Por tipo 3 entende-se aqueles AR formados por meio de tratamento térmico ou retrogradação. Tratamentos térmicos como *annealing* e calor-úmido levam a reorganização granular, aumentando sua cristalinidade. Já a presença de cadeias lineares favorece a retrogradação, aumentando as ligações de hidrogênio do amido retrogradado, formando o AR (COLLADO e CORKE, 2003). A presença de lipídeos e o tamanho das cadeias de amilose também influenciam na formação de amido resistente (EVANS, 2016).

O AR do tipo 4 é aquele formado por modificações químicas, causando a resistência enzimática ao amido. A modificação de *crosslinking*, por exemplo, cria ligações covalentes entre as cadeias de amido, formando novas ramificações, alterando as regiões específicas da enzima. Já a substituição química, como acetilação, introduz ao amido grupos volumosos, ocasionando o impedimento espacial às enzimas (EVANS, 2016).

Complexos formados por amilose e lipídeos são parcialmente resistentes a ação enzimática, gerando assim o tipo 5 de AR. Elas podem estar presentes naturalmente em alguns amidos, ou formadas a partir de reações controladas entre amido não granular e os lipídeos (EVANS, 2016).

Na busca de se elevar a quantidade de amido resistente existente no alimento, diversos trabalhos têm sido realizados. Hayes e Jones (2016) afirmam que os seguintes processos aumentam o teor de AR: extrusão a altas

temperaturas, tratamentos de calor e umidade repetitivos, cozimento por microondas, parboilização e cozimento a vapor. Em estudos com amido de arroz utilizando a combinação das modificações ácida e calor-úmido revelaram o aumento do teor de AR de 3,5 vezes em amidos cerosos, enquanto em amidos com teores médios e altos de amilose, o aumento foi de seis vezes (HUNG, VIEN e PHI, 2015).

### 3.5 Amidos modificados

Normalmente, os amidos nativos não possuem a diversidade requerida pela indústria. Dessa maneira, eles podem passar pelo processo de modificação para adquirir uma propriedade específica (CEREDA, VILPOUX e DEMIATE, 2003). Os amidos podem ser modificados principalmente por processos químicos e físicos (Tabela 5).

Tabela 5 – Principais modificações químicas e físicas em amido, suas principais características e aplicações.

<b>Tipo</b>	<b>Modificação</b>	<b>Principais características</b>	<b>Aplicação</b>
Química	Ácidos	Géis rígidos e claros	Bala de goma
	Fosfatados	Estabilidade a congelamento/ descongelamento	Produtos congelados e sorvetes
	Intercruzados	Estabilidade a altas temperaturas e baixos pH	Alimentos ácidos e esterilizados
	Oxidado	Baixa tendência a retrogradação	Recheios macios de balas e produtos empanados
	Acetilado	Agente de turbidez	Bebidas e molhos para saladas
Físico	Pré-gelatinizado	Solubilidade a frio	Preparados instantâneos e alimentos infantis
	Dextrinização	Baixa viscosidade	Alimentos bombeados
	<i>Annealing</i> e calor-úmido	Estabilidade a congelamento/ descongelamento e aumento da cristalinidade	Produtos enlatados e congelados.

As reações ocorridas em amidos modificados quimicamente normalmente são esterificação, eterificação e oxidação de grupos hidroxilas livres nas cadeias de  $\alpha$ -D-glicopiranosil, que compõe a glicose (CHIU e SOLAREK, 2009). Geralmente as suspensões de amido com 30% a 45% são tratados com o agente químico a agitação, temperatura e pH apropriado. Uma vez neutralizado, purificado e seco, seu rendimento é de aproximadamente 70% (THOMAS e ATWELL, 1999).

Apesar de serem menos utilizadas, as modificações físicas surgem como uma alternativa as modificações químicas. A principal delas é a pré-gelatinização, que implica na solubilização a frio do amido, sendo bastante empregado em preparados em pó, pudins e alimentos infantis (AMIDOS, 2013).

Outras modificações físicas possuem como princípio o tratamento hidrotérmico. Considerados sinônimos até o início do século XIX, calor-úmido (*heat-moisture*) e *annealing* se diferem pelas condições do tratamento (TESTER e DEBON, 2000). Enquanto o calor-úmido é feito em altas temperaturas e baixas umidades, o *annealing* é processado em temperaturas mais brandas e com alta umidade (Figura 7). Sendo menos utilizados que as demais, eles modificam o amido e mantem suas formas granulares (THOMAS e ATWELL, 1999).

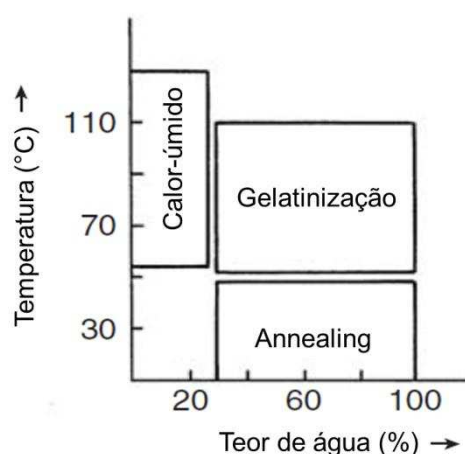


Figura 7 – Relação entre as modificações de calor-úmido e *annealing* com a gelatinização.

### **3.6 Annealing**

*Annealing* é uma modificação hidrotérmica que reestrutura o grânulo de amido sem alterar sua forma. A modificação ocorre na suspensão de amido acima de 65% de umidade ou quantidade intermediária (entre 40% e 55%), em uma temperatura entre temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) e temperatura de início de gelatinização ( $T_o$ ), durante determinado tempo (JAYAKODY e HOOVER, 2008; TESTER e DEBON, 2000). Esta modificação pode ocorrer ao acaso durante o processo de maceração de cereais, extração de amido, moagens úmidas ou plantações em solos alagados, dependendo da temperatura (CEREDA, 2001).

Segundo JAYAKODY e HOOVER (2008), existem duas vertentes sobre as modificações que o *annealing* causa nos grânulos de amido, que podem ou não ocorrer simultaneamente. A primeira, conhecida como **perfeição cristalina**, implica na fusão e recristalização de cristais, havendo formação de cristais maiores e mais homogêneos a partir de cristais pequenos; alterar a forma dos cristais; reorientar e promover novas interações entre os cristalitos, diminuindo suas variações; além de modificar a zona amorfa do grânulo. A perfeição cristalina pode ocorrer sem necessariamente alterar a cristalinidade do grânulo, melhorando sua organização granular (JAYAKODY e HOOVER, 2008). A Figura 8 representa a reorganização promovida pelo *annealing*.

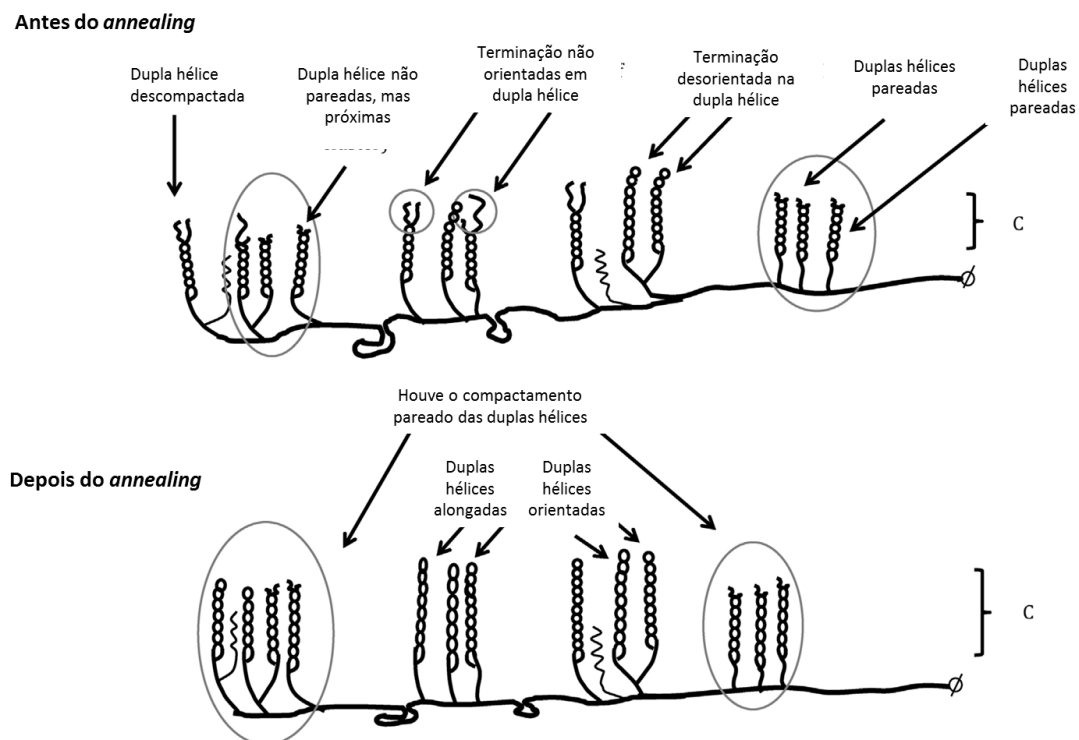


Figura 8 – Diagrama esquemático representando a organização de duplas hélices antes e depois do *annealing*.

Fonte: adaptado de VAMADEVAN *et al.*, 2013.

A segunda vertente é conhecida como **difusão de deslizamento** (“*sliding diffusion*”). A região amorfa é a primeira a absorver água, entumecendo o grânulo e levando a uma absorção maior. Ao atingir uma temperatura maior que  $T_g$ , os polímeros passam de uma condição vítrea a uma condição mais maleável, permitindo o deslizamento das cadeias, levando a uma maior compactação do grânulo. Nessa etapa, novas ligações entre as cadeias são formadas, como ligações de dupla hélice entre AM-AM e/ou AM-AP, deixando o grânulo mais cristalino (Figura 9) (JAYAKODY e HOOVER, 2008).

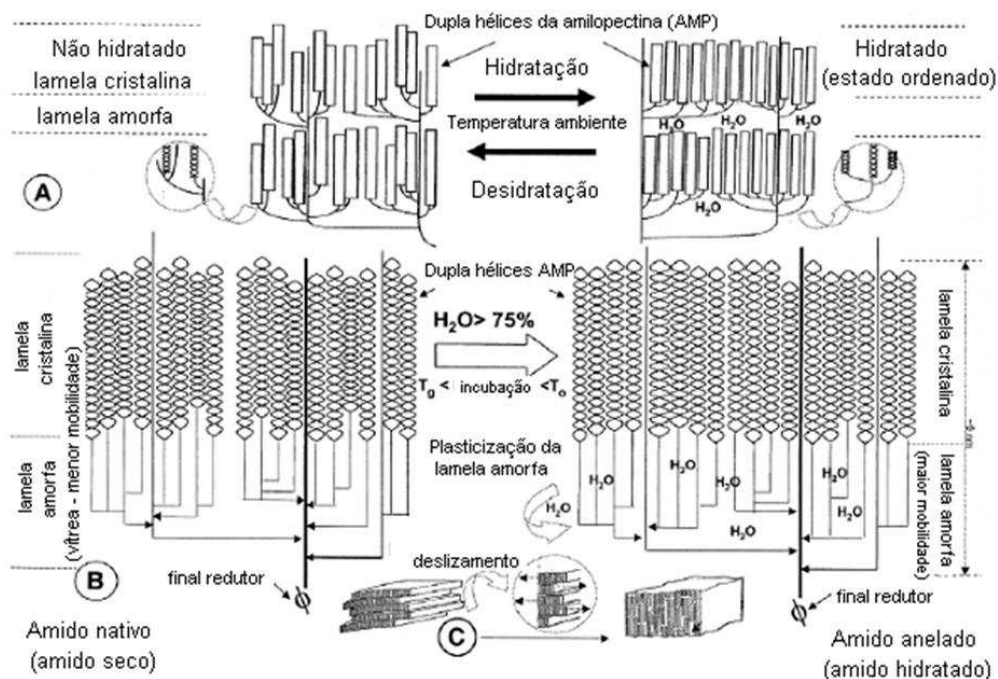


Figura 9 – Modelo de reorganização do *annealing* por difusão de deslizamento (“*sliding diffusion*”)

Fonte: adaptado de JAYAKODY e HOOVER, 2008.

### 3.6.1 Propriedades do amido tratado por *annealing*

A reorganização do grânulo de amido ocorrida durante o *annealing* interfere em diversas propriedades.

Estudos indicam que o aumento das ligações formadas no *annealing* elevou a cristalinidade relativa de polvilho azedo de mandioca (GOMES, SILVA e RICARDO, 2005), trigo (LAN *et al.*, 2008), milho ceroso (ROCHA *et al.*, 2012), arroz (LIN *et al.*, 2008) e arroz ceroso (ZENG *et al.*, 2015). Por outro lado, Dias e colaboradores (2010) encontraram uma diminuição na cristalinidade relativa em arroz após o tratamento, atribuindo este resultado a elevada hidrólise enzimática encontrada.

Não foi encontrado diferença no tamanho e forma dos grânulos após o tratamento para batata, mandioca e mandioquinha-salsa (CUNHA *et al.*, 2009). Já estudo realizado em uma variedade de mandioca demonstrou uma diminuição de seu tamanho granular, sendo atribuída a maior compactação do

grânulo (OSUNDAHUNSI, SEIDU e MUELLER, 2011). O mesmo resultado foi encontrado em sorgo (SINGH *et al.*; 2011) e inhame (FALADE e AYETIGBO, 2014). Por outro lado, Liu e colaboradores (2009) encontraram um aumento do tamanho granular em milho, e sua variação dependia do teor de amilose dos amidos estudados.

As modificações ocorridas no grânulo de amido após o *annealing* promove uma elevação nas temperaturas de gelatinização. A temperatura de conclusão de gelatinização é menos expressiva que as demais, levando o estreitamento da faixa de gelatinização (CHUNG, LIU e HOOVER, 2009).

A entalpia varia conforme o estudo. Trabalhos com mandioca (SERRANO e FRANCO, 2005), polvilho doce de mandioca (GOMES *et al.*, 2004), polvilho azedo de mandioca (GOMES, SILVA e RICARDO, 2005), milho (LIU *et al.*, 2009), feijão preto e Pinto (SIMSEK *et al.*, 2012), arroz (LIN, WANG e CHANG, 2008) aumentaram a entalpia, indicando maior estabilidade entre as dupla hélices da amilopectina. Ao avaliar cevada com diferentes teores de amilose, Waduge e colaboradores (2006) relataram um aumento da entalpia para cevada cerosa, mas sem modificação em cevada comum e de alto teor de amilose, quando comparado ao amido nativo. Já em um estudo com arroz ceroso demonstrou uma diminuição no valor de entalpia. O resultado foi atribuído devido a uma maior homogeneidade dos cristais nos grânulos de amido (ZENG *et al.*, 2015). Chung, Liu e Hoover (2009) encontraram uma diminuição na entalpia para amidos de lentilha e ervilha, mas foi inalterado para amido de milho.

O poder de inchamento diminui em amidos com *annealing* devido às ligações formadas no tratamento. (CHUNG, LIU e HOOVER, 2009; GOMES, SILVA e RICARDO, 2005). Em estudo com arroz de diferentes teores de amilose, Zavarese (2009) observou um aumento do poder de inchamento em amostras com teores de amilose de 23,40%.

Já o índice de solubilidade está relacionado com a lixiviação da amilose. Sua diminuição indica que as ligações formadas durante o tratamento são mais estáveis, dificultando a saída de amilose dos grânulos (GOMES *et al.*, 2004).

Contudo, Horndok e Noomhorm (2007) não encontraram diferença entre o índice de solubilidade de amido de arroz tratado com *annealing* e o controle.

O *annealing* provoca uma elevação do teor de amido resistente (AR), devido ao aumento das ligações entre as cadeias AM-AM e/ou AM-AP (CHUNG, LIU e HOOVER, 2009). Lin e colaboradores (2009) observaram que milhos com quantidade maiores de amilose tiveram um incremento mais acentuado de AR depois de tratados por *annealing*. Por outro lado, não houve alteração no teor de AR quando realizado em arroz de baixo teor de amilose (ZAVARESE, 2009) e arroz ceroso (ZENG *et al.*, 2015).

Os efeitos do *annealing* nas propriedades de pasta são bastante controversos. A viscosidade de pico diminui em trigo (LAN *et al.*, 2008), feijão preto e Pinto (SIMSEK *et al.*, 2012), sorgo (SINGH *et al.*, 2011), arroz (DIAS *et al.*, 2010), e mandioca (SERRANO e FRANCO, 2005). Já estudos com polvilho doce (GOMES *et al.*, 2004) e polvilho azedo de mandioca (GOMES, SILVA e RICARDO, 2005), foram relatados uma diminuição neste valor quando comparado ao controle.

A estabilidade da pasta aumenta em farinha de arroz (CHAM e SUWANNAPORN, 2010), mas diminui para mandioca (CUNHA *et al.*, 2009); polvilho doce (GOMES *et al.*, 2004); polvilho azedo (GOMES, SILVA e RICARDO, 2005), feijão preto e pinto (SIMSEK *et al.*, 2012), batata e mandioquinha-salsa (CUNHA *et al.*, 2009).

A tendência a retrogradação diminuiu para polvilho doce (GOMES *et al.*, 2004) e azedo (GOMES, SILVA e RICARDO, 2005), mandioca (SERRANO e FRANCO, 2005), trigo (LAN *et al.*, 2008), arroz (DIAS *et al.*, 2010) e feijão preto e pinto (SIMSEK *et al.*, 2012), mas aumentou para batata, mandioquinha-salsa e mandioca (CUNHA *et al.*, 2009), sorgo (SINGH *et al.*, 2011) e milho (WANG *et al.*, 2014). Já a viscosidade final teve uma diminuição de seu valor comparado ao amido nativo em sorgo (SINGH *et al.*, 2011), milho (WANG *et al.*, 2014), arroz (DIAS *et al.*, 2010), trigo (LAN *et al.*, 2008) e feijão preto e Pinto (SIMSEK *et al.*, 2012).

### 3.6.2 Metodologias de obtenção do annealing

O *annealing* foi estudado em amidos de diversas fontes, em diversos tempos, temperaturas e quantidades de água (Tabela 6).

Tabela 6 – Estudos realizados com *annealing* em diversas fontes e seus parâmetros.

Fonte de Amido	Tempo	Temperatura*	Teor de água**	Referência
Araruta	3-24 h	To – 6 °C	Excesso	Vamadevan <i>et al.</i> (2013)
Arroz	12-36 h	60 e 70 °C	Excesso	Cham e Suwannaporn (2010)
	24 h	50 °C	Excesso	Zeng <i>et al.</i> (2015)
	0-24 h	50 °C	1:2	Seow e Vasanti-Nair (1994)
	72 h	50 °C	Excesso	Lin, Wang e Chang (2008)
	3-24 h	To – 6 °C	Excesso	Vamadevan <i>et al.</i> (2013)
	16 h	45-55 °C	Excesso	Dias <i>et al.</i> (2010)
	15 min	48-73 °C	1:9	Tsuitsui <i>et al.</i> (2005)
Aveia	24 h	55 °C	1:3	Horndok e Noomhorm (2007)
	0,5-72 h	50 °C	1:3	Hoover e Vasanthan (1994)
Batata	3-24 h	To – 6 °C	Excesso	Vamadevan <i>et al.</i> (2013)
	24 h	To – 2 °C	Excesso	Cunha <i>et al.</i> (2009)
	0,5-72 h	50 °C	1:3	Hoover e Vasanthan (1994)
<i>Canna edulis</i>	3-24 h	To – 6 °C	Excesso	Vamadevan <i>et al.</i> (2013)
Castanha d'água	24 h	65 °C	1:2	Yadav, Guleria e Yadav (2013)
Centeio	3-24 h	To – 6 °C	Excesso	Vamadevan <i>et al.</i> (2013)
Cevada	72 h	50 °C	Excesso	Waduge <i>et al.</i> (2006)
	3-24 h	To – 6 °C	Excesso	Vamadevan <i>et al.</i> (2013)
Ervilha	24 h	To – 10 °C, To – 15 °C	Excesso	Chung, Liu e Hoover (2009)
Feijão	24 h	50 °C	1:2	Simsek <i>et al.</i> (2012)
Feijão-mungo	3-24 h	To – 6 °C	Excesso	Vamadevan <i>et al.</i> (2013)
Inhame	3-24 h	To – 6 °C	Excesso	Vamadevan <i>et al.</i> (2013)
	24 h	50 °C	1:2	Falade e Ayetigbo (2014)
Jacatupé	3-24 h	To – 6 °C	Excesso	Vamadevan <i>et al.</i> (2013)
Lentilha	24 h	To – 10 °C, To – 15 °C	Excesso	Chung, Liu e Hoover (2009)
	0,5-72 h	50 °C	1:3	Hoover e Vasanthan (1994)

\*To = Temperatura de início de gelatinização; \*\* (amido: água)

Tabela 6 – Estudos realizados com *annealing* em diversas fontes e seus parâmetros (cont.).

Fonte de Amido	Tempo	Temperatura*	Teor de água**	Referência
Mandioca, polvilho doce ou polvilho azedo	24 h	To – 2 °C	Excesso	Cunha et al. (2009)
	24-192 h	50 °C	1:5	Osundahunsi, Seidu e Mueller (2010)
	48 h	50-60 °C	1:2	Serrano e Franco (2005)
	3-24 h	To – 6 °C	Excesso	Vamadevan et al. (2013)
	72-240 h	50 °C	1:5	Gomes, Silva e Ricardo (2005)
	24-192 h	50 °C	1:5	Gomes et al. (2004)
Mandioquinha-salsa	24 h	To – 2 °C	Excesso	Cunha et al. (2009)
Milho e/ou milho ceroso	24 h	To – 10 °C, To – 15 °C	Excesso	Chung, Liu e Hoover (2009)
	2-72 h	50-70 °C	Excesso	Knutson (1990)
	5-60 min	25-70 °C	1:1	Kweon, Slade e Levine (2008)
	72 h	50 °C	Excesso	Lin, Wang e Chang (2009)
	72 h	30 e 50 °C	1:10	Liu et al. (2009)
	24 h	To – 3 °C	Excesso	Rocha et al. (2012)
	72 h	25-65 °C	Excesso	Tester, Debon e Sommerville (2000)
	24 e 72 h	45 °C	1:5	Wang et al. (2014)
3-24 h	To – 6 °C	Excesso	Vamadevan et al. (2013)	
Sagu	3-24 h	To – 6 °C	Excesso	Vamadevan et al. (2013)
Sorgo	24 h	50 °C	Excesso	Singh et al. (2011)
Trigo	0,5-72 h	50 °C	1:3	Hoover e Vasanthan (1994)
	0-10 h	To – 2 °C	-	Kiseleva et al. (2005)
	72 h	To – 10 °C	1:3	Lan et al. (2008)
	1-6 dias	To – 15 °C	Excesso	Tester, Debon e Karkalas (1998)

\*To = Temperatura de início de gelatinização; \*\* (amido: água)

Hoover e Vasanthan (1994) verificaram que o *annealing* se torna mais expressivo em umidades mais elevadas. Contudo, ao observar as modificações entre trigo, batata, lentilha e aveia, constataram que este efeito é diretamente influenciado pelas interações entre AM-AP, o espaçamento entre as cadeias e o tamanho delas.

Ao avaliar o *annealing* em milho, ervilha e lentilha, Chung, Liu e Hoover (2009) demonstraram que quanto mais próximo à temperatura do tratamento for de seu To, maiores modificações ocorreram em suas propriedades. Esta característica também foi observada em estudos com mandioca (SERRANO e FRANCO, 2005) e arroz (DIAS et al., 2010).

Já os estudos realizados por Osundahunsi, Seidu e Mueller (2010) em variedades de mandioca, observou-se que as modificações ocorridas pelo

*annealing* se tornam mais evidentes com a elevação do tempo do tratamento. A mesma constatação foi descrita por outros autores (GOMES *et al.*, 2004; GOMES, SILVA E RICARDO, 2005; HOOVER e VASANTHAN, 1994).

Kweon, Slade e Levine (2008) estudaram amido de milho tratados em pressões elevadas, constatando ser possível realizar o *annealing* com 15 min a temperatura ambiente, usando a pressão de 600 MPa. Os autores acreditam que a alta pressão diminui o Tg, anelando o amido em tempo e temperatura reduzidos.

O *annealing* normalmente é feito com um ciclo de aquecimento, conhecido como simples estágio. Para a realização de duplo estágio ou multi-estágio é necessário adequação da temperatura. Ao fazer um ciclo, as temperaturas To e Tg se elevam, sendo necessário corrigir a temperatura do tratamento para a nova faixa. (JAYAKODY e HOOVER, 2008).

### **3.6.3 *Annealing* em amido e farinha de arroz**

O tratamento de *annealing* para arroz é estudado principalmente em países asiáticos, visando à melhoria da produção de *noodles*. Não foi encontrado sua produção em escala industrial.

As propriedades reológicas de arroz foram avaliadas em *annealing* com diferentes temperaturas, indicando que temperaturas mais próximas do To como as mais expressivas para o tratamento (TSUTSUI *et al.*, 2005).

Lin, Wang e Chang (2008) estudaram o efeito do *annealing* em amido de arroz já modificados por metanol-ácido, indicando a interferência do teor de amilose no tratamento. Esta conclusão também foi encontrada por Dias e colaboradores (2010) e Zavarese (2009), observando propriedades distintas entre os amidos estudados, como teor de AR e solubilidade.

Os tratamentos de *annealing*, calor-úmido e suas combinações foram testados em arroz ceroso, avaliando sua digestibilidade e propriedades físicas. Encontrou-se uma elevação na cristalinidade relativa e temperaturas de

gelatinização, mas houve uma diminuição do teor de amido resistente (ZENG *et al.*, 2015).

Ao misturar farinha de arroz com amidos tratados por *annealing* e calor-úmido, Horndok e Noomhorm (2007) concluíram que a adição destes amidos melhora a qualidade da farinha para a produção de *noodles*. O *annealing* confere características desejáveis a este produto, como menor perda de sólidos no cozimento, maior brancura, superfície lisa e brilhante, além de uma textura mais macia.

Já em experimentos realizados por Cham e Suwannaporn (2010) com farinha de arroz com alto teor de amilose, conclui-se que o *annealing* melhora a qualidade na produção de *noodles* frescos. Estes autores observaram aumento da viscosidade final e estabilidade, indicando a reorganização dos grânulos de amido presentes na farinha. Eles também relataram que o *annealing* promoveu uma textura mais macia a *noodles* frescos.

Mesmo com poucos estudos com modificação de *annealing* em farinha de arroz, não há trabalhos similares sobre as alterações causadas nas propriedades físicas e tecnológicas deste material. Caso estas alterações sejam similares às já ocorridas em amido de arroz tratado por *annealing*, seria possível aplicar esta modificação diretamente na farinha, diminuindo tempo e custo de produção.

Além disso, a possibilidade do *annealing* promover capacidade de autoexpansão ao amido e farinha de arroz abre um novo seguimento de estudo em produtos sem glúten. Pães e outros produtos sem glúten poderiam ter seu problema de baixo volume amenizado com o uso dessa farinha tratada.

Considerando estes aspectos, este trabalho visa conhecer propriedades físicas de amido e farinha de arroz modificados por *annealing*, assim como a avaliação da capacidade de autoexpansão destes produtos.

## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1 Local de experimentação

O experimento foi conduzido nos laboratórios de Pesquisa em Cereais, de Embalagens e de Análise de Alimentos no Departamento de Tecnologia de Alimentos, no laboratório de Mineralogia no Departamento de Solos e no laboratório de Nutrição Experimental no Departamento de Nutrição na Universidade Federal de Viçosa (UFV), Viçosa, MG.

### 4.2 Materiais

Aproximadamente 40 kg de farinha de arroz foram obtidos no comércio local, sendo devidamente homogeneizados antes do quarteamento para os tratamentos e análises. Após homogeneização, 15 kg foram destinados à obtenção de amido de arroz. Do amido extraído, uma parte foi submetida ao *annealing*, e outra reservada como “controle”. O restante da farinha foi dividido em três partes: duas destinadas aos tratamentos de *annealing* e uma parte sem modificação, sendo considerada como controle.

Todos os reagentes necessários para as análises foram de grau analítico P.A.

### 4.3 Delineamento experimental

O experimento foi estruturado em delineamento inteiramente casualizado, com dois materiais (farinha e amido). O amido de arroz foi dividido em dois tratamentos: controle (sem *annealing*) e modificado com *annealing*. Para a farinha de arroz, foram feitos três tratamentos: controle (sem

*annealing*) e modificado com *annealing* a 50°C e 60°C. O delineamento foi feito com quatro repetições, totalizando 20 unidades experimentais.

Na Figura 10 consta uma representação esquemática de todas as etapas efetuadas no estudo. As metodologias serão apresentadas a seguir.

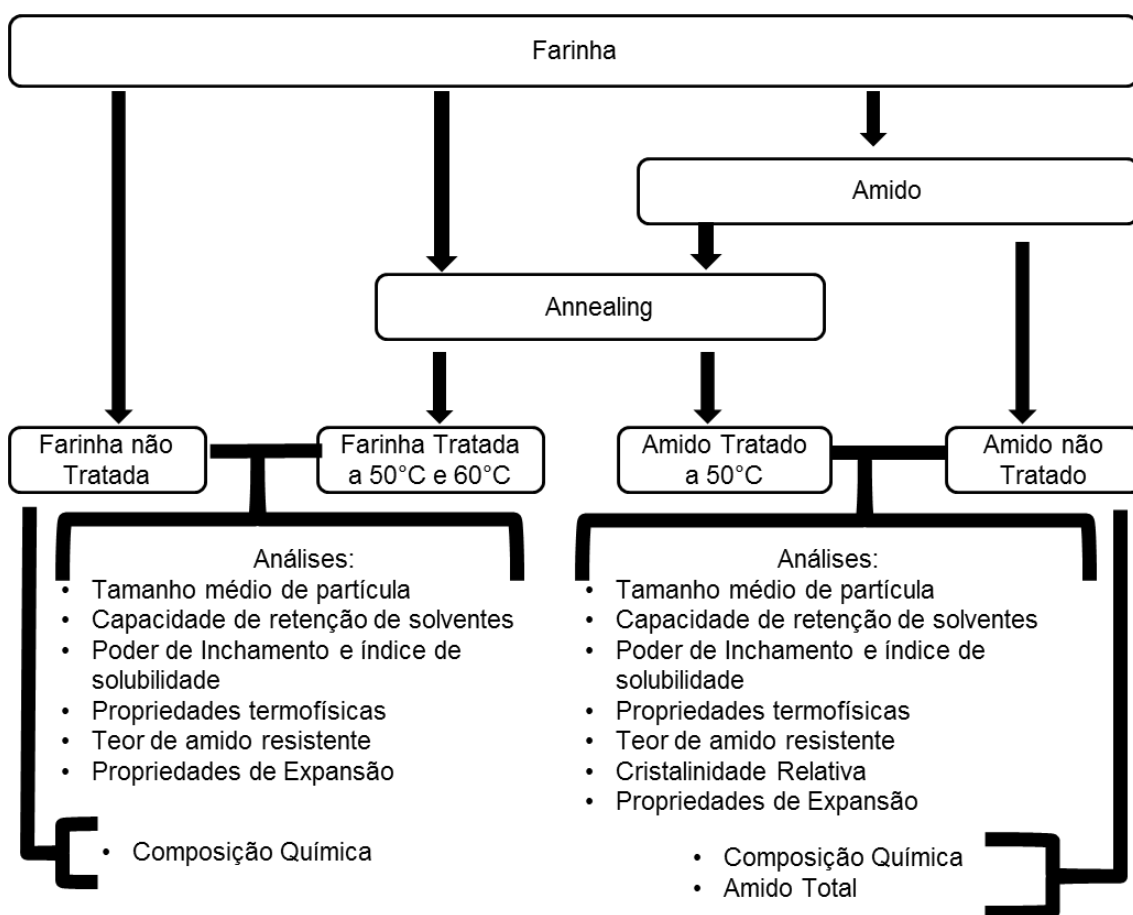


Figura 10 – Representação esquemática das etapas do projeto

## 4.4 Preparação das amostras

### 4.4.1 Extração de amido

O amido foi extraído a partir da farinha de arroz segundo a metodologia adaptada de Zavarese (2009) (Figura 11). A farinha de arroz foi adicionada, na proporção de 1:2, em uma solução de NaOH 0,1%; seguindo-se um repouso

por 18h a 28 °C. A suspensão foi centrifugada (marca Beckman, modelo J2-MC) a 3000 rpm (1200×g) durante cinco minutos à temperatura ambiente. O sobrenadante foi descartado e o sedimentado ressuspenso em solução de NaOH 0,1 % e centrifugado novamente. O precipitado foi ressuspenso em água destilada e centrifugado. O sedimento foi ressuspenso em água destilada e neutralizado com solução de HCl 1 mol L<sup>-1</sup> até o pH 6,5 e centrifugado mais uma vez. O amido resultante foi seco em estufa com circulação de ar a 45 °C por 48 h (marca Nova técnica, modelo 400-3NDE). Em seguida, o material foi moído em moinho de facas (marca Brabender, modelo WI) de modo intermitente com intervalos médios de 30 segundos. O amido de arroz obtido foi armazenado a 2°C para as análises posteriores. O rendimento foi calculado em relação à quantidade da farinha utilizada para a extração.

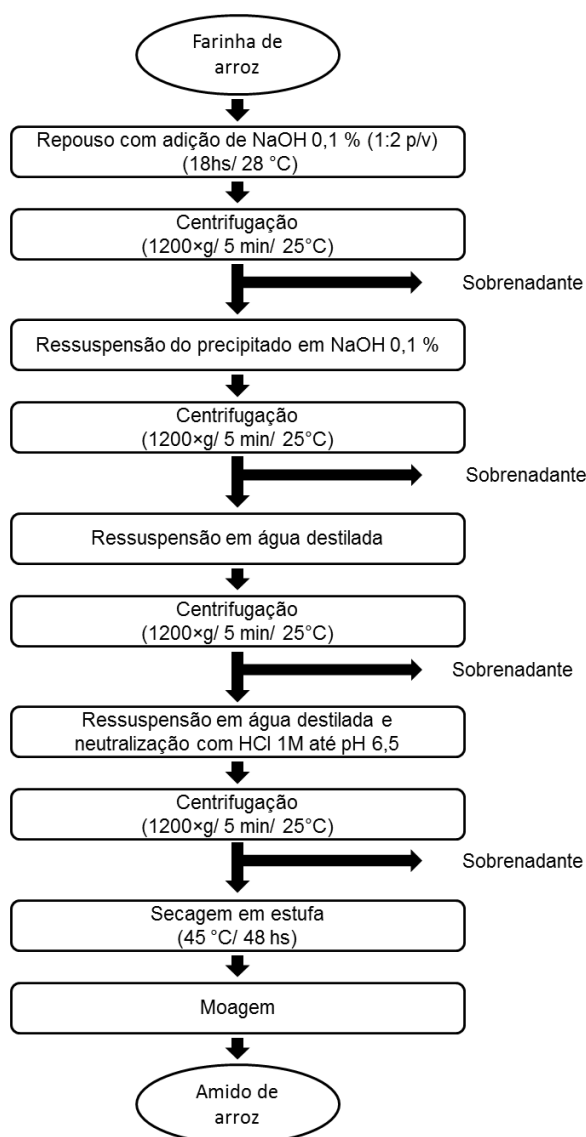


Figura 11 – Fluxograma de extração de amido de arroz

#### 4.4.2 Tratamento de farinha e amido de arroz por *annealing*

Um esquema do tratamento por *annealing*, apresentado na Figura 12, segue a metodologia adaptada de Horndok e Noomhorm (2007). A matéria-prima foi misturada com água na proporção de 1:3 (amostra: água) com a adição de metabissulfito de sódio (0,05 g/100 mL) como agente antimicrobiano. As soluções foram incubadas em banho-maria por 16 horas, a 50°C para o amido, e 50°C e 60°C para a farinha de arroz. Após esse período, a suspensão foram centrifugadas (marca Beckman, modelo J2-MC) a 5000 rpm (3500×g) por 5 minutos e o sobrenadante foi descartado. O precipitado foi recolhido e seco em estufa com circulação de ar a 45°C por 48 h (marca Nova técnica, modelo 400-3NDE). Em seguida, o material seco foi moído em moinho de facas (marca Brabender, modelo WI) de modo intermitente com intervalos médios de 30 segundos. A farinha e o amido de arroz com *annealing* foram armazenados a 2°C até realização das análises. O rendimento do *annealing* foi calculado em relação à quantidade da matéria prima utilizada.

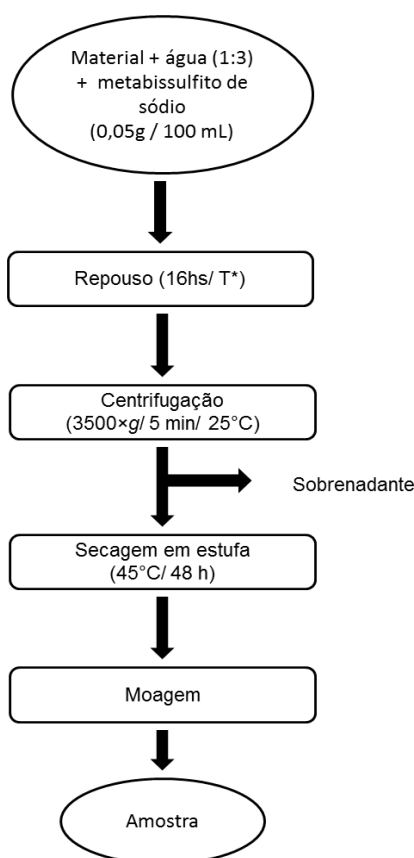


Figura 12 – Esquema do tratamento de farinha e amido de arroz por *annealing*, onde T\* é 50°C para amido, e 50°C e 60°C para farinha.

#### **4.5 Análise da composição centesimal e amido total**

As análises de composição química da farinha de arroz e do amido extraído foram realizadas de acordo com as metodologias descritas pela Association of Official Analytical Chemists (AOAC, 2012):

- Teor de umidade determinado em estufa a 130 °C (n. 925.10);
- Teor de lipídeos totais, determinado pelo extrator Soxhlet utilizando como solvente éter de petróleo (n. 920.85);
- Teor de proteína bruta, pelo método de Micro-Kjeldahl, empregando o fator de 5,95 para a conversão de nitrogênio em proteína bruta (n. 960.52);
- Resíduo mineral fixo, por incineração em mufla a 550 °C (n.923.03);
- Teor de carboidratos foi obtido por diferença dos demais constituintes.

Para determinação de amido total, seguiu-se o procedimento da metodologia n.996.11 da AOAC (2012), utilizando o Kit K-TSTA 07/11 da Megazyme. Esta análise foi realizada apenas para o amido extraído.

#### **4.6 Distribuição granulométrica e tamanho médio de partícula**

A distribuição granulométrica foi determinada pelo método 965-22 da AOAC (2012). Foram peneiradas 50 g de cada amostra durante 5 min, utilizando o equipamento Ro-Tap Testing Sieve Shaker (Cleveland, USA) e um conjunto de peneiras (20,3 cm de diâmetro), correspondendo a aberturas de malhas de 590, 420, 297, 250, 177 e 149 µm, respectivamente. As quantidades retidas nas peneiras foram pesadas e expressas em porcentagem acumulativa da amostra que passou através da peneira.

O tamanho médio de partícula do amido e farinha foi determinado conforme metodologia de Brittain (2002). Em um gráfico log-log foi plotado a porcentagem acumulada da massa que atravessou cada peneira pelo tamanho das peneiras ( $\mu\text{m}$ ). Através da regressão linear desta reta, determinou o tamanho de partícula em 50% da amostra estudada (tamanho médio de partícula).

#### 4.7 Capacidade de retenção de solventes

A capacidade de retenção de solventes foi avaliada de acordo com a metodologia da *American Association of Cereal Chemists* (n. 56-11, AACC, 2000). Utilizou como solventes água destilada, solução de carbonato de sódio a 5% e solução de ácido láctico a 5%. Pesou-se 5 g de amostra (A) e 25 g do solvente. Deixou em repouso por 20 min, agitando a cada 5 min. As amostras foram centrifugadas a  $1000\times g$  por 15 min e o sobrenadante descartado. Deixou escorrer por 10 min e pesou-se o centrifugado (C). O percentual da capacidade de retenção de cada solvente foi determinada pela Equação 1.

$$CRS(\%) = \left( \frac{C - A}{A} \right) \times \left( \frac{86}{100 - U} \right) \times 100 \quad (1)$$

Em que:

CRS - Capacidade de retenção de solvente (%)

C - peso do centrifugado (g)

A - peso da amostra (g)

U - umidade da amostra (%)

#### 4.8 Poder de inchamento e índice de solubilidade

O poder de inchamento (PI) e índice de solubilidade (IS) foram determinados utilizando a metodologia adaptada de Leach, McCowen e Schoch (1959). Em tubos de centrifuga previamente tarados, pesou-se aproximadamente 0,5 g da amostra ( $P_a$ ) e adicionou-se 25 mL de água destilada, sendo os tubos com a suspensão deixados à temperatura constante (marca Solar, modelo SLI5022) de 30 °C, 40 °C, 50 °C, 60 °C, 70 °C, 80 °C e 90 °C por 20 minutos, com agitação a cada 5 minutos. Em seguida, foram centrifugados (marca Nova Técnica, modelo NT815) a 1000×g por 20 minutos. O centrifugado (C) foi pesado, enquanto o sobrenadante foi coletado e seco em estufa a 110 °C até massa constante (S). O poder de inchamento e solubilidade foram calculados de acordo com as Equações 2 e 3, respectivamente.

$$PI (g/g) = \frac{C}{P_a} \quad (2)$$

$$IS (\%) = \frac{S}{P_a} \times 100 \quad (3)$$

Em que:

PI - Poder de inchamento (g/g)

IS - Índice de solubilidade (%)

C - peso do centrifugado (g)

$P_a$  - peso da amostra (g)

S - peso do sobrenadante (g)

#### 4.9 Propriedades termofísicas

As características termofísicas foram examinadas por um calorímetro diferencial de varredura (DSC) da marca Shimadzu (Tóquio, Japão), modelo 60, conforme metodologia adaptada de Lin, Wang e Chang (2008). Cerca de 1,25 mg em base seca da amostra foi colocada em um recipiente de alumínio

com excesso de água destilada. As análises foram realizadas a uma taxa de aquecimento de 10 °C/min, entre 25 °C e 120 °C. Em cada termograma foi quantificado a entalpia ( $\Delta H$ ), e as temperaturas de início de gelatinização ( $T_0$ ), de pico ( $T_p$ ) e de conclusão de gelatinização ( $T_c$ ), além da faixa de gelatinização ( $T_c - T_0$ ).

#### 4.10 Teor de amido resistente (AR)

O teor de amido resistente nas amostras tratadas e não tratadas com *annealing* foi determinado de acordo com a metodologia n. 2002.02 da AOAC (2011), utilizando o kit K-RSTAR 09/14 da empresa Megazyme.

#### 4.11 Cristalinidade relativa dos amidos

As análises de difratometria de Raio-X foram efetuadas em equipamento Rigaku Geiger-Flex com radiação de cobalto a 40 kV, 40 mA,  $\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$  e velocidade de varredura de 2°/min sob ângulo  $2\theta$ , variando de 3 a 35 °.

A cristalinidade relativa foi obtida seguindo a metodologia descrita por Nara e Komiya (1983), utilizando o *software* Origin® 8.0 (Origin – version 8.0, Microcal Inc., Northampton, MA, USA). Os gráficos foram plotados entre os ângulos  $2\theta$  de 4° e 35° e suavizados com a ferramenta ‘*Smoothing*’ (*Analysis* → *Signal Processing* → *Smoothing*), utilizando o método ‘*Adjacent-Averaging*’ e com ‘*Point of Window*’ em 100. Uma curva conectando as bases dos picos foi traçada, assim como uma linha de base (Figura 13). A área entre a curva e o difratograma corresponde à área cristalina e a área inferior entre a curva e a linha de base corresponde à área amorfa. A partir desses dados, a cristalinidade relativa foi obtida conforme a Equação 4.

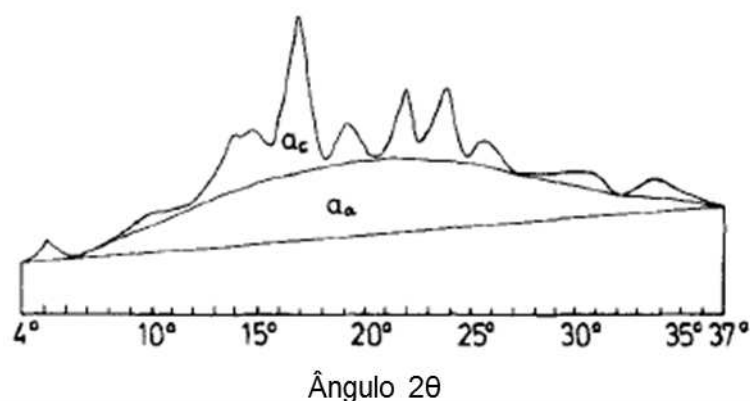


Figura 13 – Difratograma de amido, sendo  $\alpha_c$  área cristalina e  $\alpha_a$  área amorfa.

Fonte: Nara e Komiya (1983)

$$CR(\%) = \frac{Ac}{(Ac + Aa)} \times 100 \quad (4)$$

Em que:

CR - Cristalinidade relativa

Ac - Área cristalina

Aa - Área amorfa.

#### 4.12 Capacidade de autoexpansão

As medidas de capacidade de expansão ao forno foram determinadas utilizando a metodologia prática de Maeda e Cereda (2001), com modificações.

Em uma cuba inox mantida a 50°C, foram misturados, por 5 minutos, 50 g de amostra com aproximadamente 50 mL de água fervente, até obter uma massa homogênea e lisa. Caso permanecesse seca, foi adicionado mais água. A massa obtida foi dividida em 5 unidades de 10 g (P), colocada em formas cônicas de alumínio (32 mm de diâmetro na base, 57 mm de diâmetro na borda com 22 mm de altura). As massas foram assadas em forno elétrico (Fischer, Brusque, Brasil) por 25 minutos a 200 °C.

Após 5 minutos de descanso, as massas assadas foram pesadas (Pa) e seu volume total (V) determinado através do método modificado de

deslocamento de sementes (n.10-05, AACCC, 2000). O volume específico (Equação 5) e o volume específico em relação à 100g foram determinados a partir da média de 5 unidades assadas.

$$VE (mL/g) = \frac{V}{Pa} \quad (5)$$

Em que:

VE - volume específico (mL/g)

V - volume total (mL)

Pa - peso da massa assada (g)

#### **4.13 Análise estatística**

Os dados foram analisados por meio de análise de variância (ANOVA), comparando de médias entre os tratamentos por meio do teste t-Student, para amido, e por Tukey, para a farinha, utilizando 5% de significância. Foi utilizado o programa SAS® (SAS 9.4 Inst. Inc., Cary, NC), licenciado para a Universidade Federal de Viçosa.

## 5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1 Análises das matérias primas

A farinha de arroz neste experimento foi usada como matéria-prima tanto para receber a modificação por *annealing* quanto para produzir o amido de arroz, que também foi posteriormente tratado. Na etapa de extração, o rendimento médio foi de 82% de amido (em base seca). Zavarese (2009), ao avaliar a extração de amido de arroz de diferentes teores de amilose, obteve um rendimento de 56,3%, 46,7% e 28,9%, em base seca, para amidos de alta, média, e baixa amilose, respectivamente. Segundo o autor, o baixo rendimento no amido de baixo teor de amilose se deve à maior absorção de água dos grânulos, dificultando a separação da proteína aderida ao amido.

Uma vez realizado o *annealing*, houve aproximadamente 79% (bs) de rendimento, tanto para a farinha quanto o amido de arroz. Isso se deve ao material tratado ficar aderido aos utensílios utilizados, além da perda de componentes solúveis na água. Não foram encontrados dados na literatura sobre este rendimento para comparação.

### 5.2 Composição centesimal e amido total

As composições da farinha e do amido de arroz se encontram na Tabela 7.

Tabela 7 – Composição centesimal e amido total em farinha e amido de arroz, expresso em base seca (bs)

Componente	Farinha Controle	Amido Controle
Carboidrato (%)	90,29	93,54
Proteína (%)	8,10	5,59
Lipídeo (%)	0,96	0,54
Resíduo mineral fixo (%)	0,65	0,32
Amido total (%)	-	75,15

O teor de proteína no amido extraído se mostrou bem mais elevado que o indicado para amidos purificados (menor que 0,6%) (TESTER, KARKALAS e QI, 2004). A metodologia utilizada foi adaptada para melhorar o rendimento, diminuindo o número de lavagens realizado em outros estudos com a extração alcalina de amido de arroz (WANG e WANG, 2001; ZAVARESE, 2009). A adaptação obteve o efeito desejado (conforme descrito no item 5.1), embora tenha interferido na purificação, não eliminando eficientemente a proteína hidrolisada. Segundo Cereda (2001), quanto maiores os valores de proteína e lipídeos menor é a qualidade do amido.

O teor de amido total em amido foi maior que o reportado por Wang e Wang (2001) e Wang e Wang (2004), com 72,2% (bs) e 71,6% (bs), respectivamente. Os resultados de cinzas, lipídeos e carboidratos para amido e farinha de arroz estão coerentes com os valores encontrados na literatura (LEEWATCHARARONGJAROEN e ANUNTAGOOL, 2016; TSUITSUI *et al.*, 2005; ZAVARESE, 2009). Esta caracterização é importante para se conhecer a matéria prima deste trabalho.

### **5.3 Distribuição granulométrica e Tamanho médio de partícula**

A distribuição granulométrica e o tamanho médio de partícula para amido de arroz tratado ou não por *annealing* se encontram na Tabela 8 e Figura 14.

Tabela 8 – Tamanho médio de partícula para as amostras de amido de arroz tratada ou não por *annealing*

Amido	Tamanho médio de Partícula ( $\mu\text{m}$ )
Controle	313,42 $\pm$ 14,72 <sup>a</sup>
<i>Annealing</i> a 50°C	389,76 $\pm$ 43,72 <sup>b</sup>

Médias seguidas pela mesma letra na coluna não diferem entre si pelo teste t a 5% de probabilidade

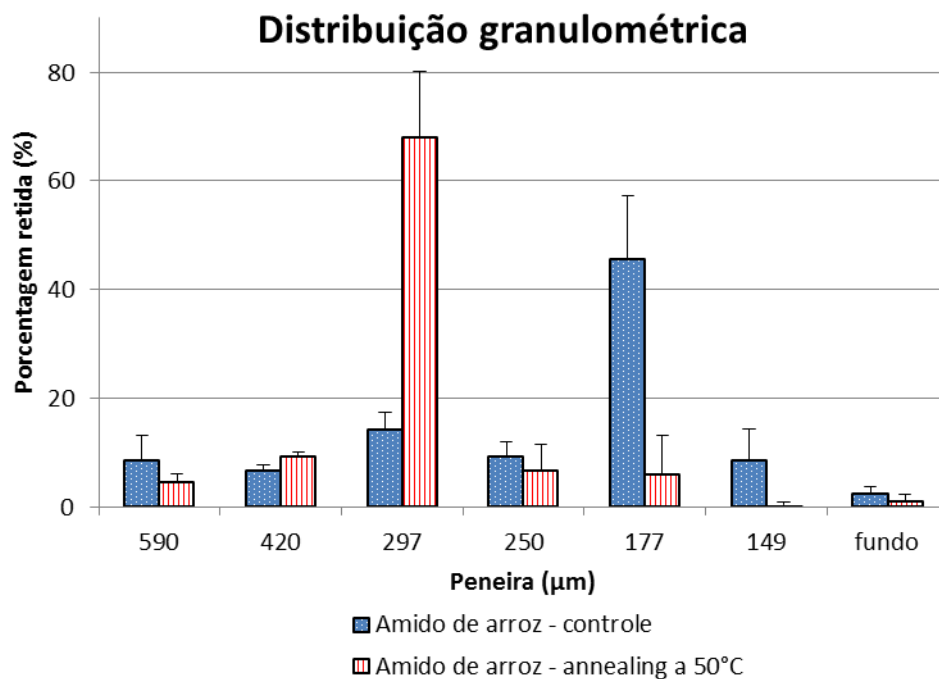


Figura 14 - Distribuição granulométrica de amido de arroz tratado ou não com *annealing*

O amido tratado por *annealing* apresentou uma granulometria maior quando comparada ao controle, sendo provavelmente resultante da formação de grumos durante o tratamento úmido. Dada a diversidade de metodologias de extração e moagem de amidos encontradas na literatura, não foi possível comparar com os resultados obtidos. A principal relevância dos dados observados é a interferência da granulometria nos resultados de demais análises. Desta forma, a discussão de tais resultados deve levar em consideração, sempre que pertinente, a diferença observada na granulometria.

Os resultados obtidos quanto ao tamanho das partículas das farinhas de arroz usadas nesse estudo encontram-se na Tabela 9 e Figura 15.

Tabela 9 – Tamanho médio de partícula para as amostras de farinha de arroz tratada ou não por *annealing*

Farinha	Tamanho médio de Partícula ( $\mu\text{m}$ )
Controle	185,69 $\pm$ 11,39 <sup>b</sup>
<i>Annealing</i> a 50°C	542,16 $\pm$ 43,84 <sup>a</sup>
<i>Annealing</i> a 60°C	544,69 $\pm$ 44,73 <sup>a</sup>

Médias seguidas pela mesma letra na coluna não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade.

A granulometria mais fina da amostra controle é típica das farinhas comerciais, cuja obtenção demanda a utilização de equipamentos mais sofisticados de refino.

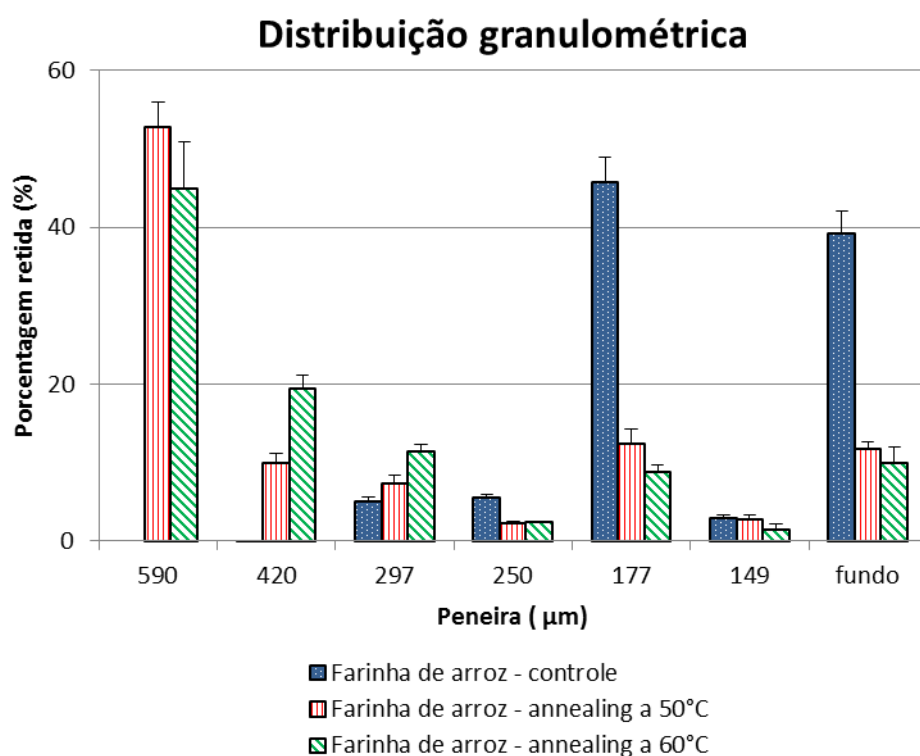


Figura 15 - Distribuição granulométrica de farinha de arroz tratadas ou não com *annealing*

O moinho de facas utilizado no presente estudo parece não ser o mais indicado, visto ser destinado à moagem de materiais fibrosos, que necessitam de corte. Além disso, para materiais sensíveis ao calor, como neste caso, o

tempo de residência teve que ser o menor possível (BERK, 2013), prejudicando assim a moagem das amostras de amido e farinha tratadas em partículas de menor tamanho.

#### 5.4 Capacidade de retenção de solventes

Os resultados da capacidade de retenção de solventes (CRS) para amido de arroz tratado ou não por *annealing* encontram-se na Tabela 10.

Tabela 10 – Capacidade de retenção de solventes em amido de arroz tratado ou não por *annealing*, em porcentagem.

Amido	CRagua	CRbase
Controle	88,88 ± 5,76 <sup>a</sup>	134,93 ± 5,03 <sup>a</sup>
<i>Annealing</i> a 50°C	84,80 ± 18,32 <sup>a</sup>	131,25 ± 11,95 <sup>a</sup>

CRagua - Capacidade de retenção em água;

CRbase - Capacidade de retenção em carbonato de cálcio 5%

Médias seguidas pela mesma letra na coluna não diferem entre si pelo teste t a 5% de probabilidade

A capacidade de retenção de solventes é um teste para se verificar a qualidade do material estudado em relação à absorção de água (CRagua), às glutelinas (CRacido), e a quantidade de amido danificado (CRbase) (BARAK, MUDGIL e KHATKAR, 2012). Pode-se observar que a diferença entre o amido controle e tratado por *annealing* não foi significativa ( $p > 0,05$ ), demonstrando similaridade em relação à absorção de água e quantidade de amido danificado.

Os resultados encontrados na análise de capacidade de retenção de solventes em farinha de arroz tratadas ou não por *annealing* encontram-se na Tabela 11.

Tabela 11 – Capacidade de retenção de solventes em amostras de farinha de arroz tratada ou não por *annealing*, em porcentagem.

Farinha	CRagua	CRacido	CRbase
Controle	113,49 ± 1,27 <sup>b</sup>	114,39 ± 3,37 <sup>b</sup>	149,90 ± 9,89 <sup>ab</sup>
<i>Annealing</i> a 50°C	108,21 ± 2,29 <sup>c</sup>	112,91 ± 33,95 <sup>b</sup>	132,47 ± 1,19 <sup>b</sup>
<i>Annealing</i> a 60°C	142,37 ± 1,68 <sup>a</sup>	141,27 ± 3,43 <sup>a</sup>	177,90 ± 8,20 <sup>a</sup>

CRagua - Capacidade de retenção em água;

CRacido - Capacidade de retenção em ácido láctico 5%;

CRbase - Capacidade de retenção em carbonato de cálcio 5%

Médias seguidas pela mesma letra na coluna não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade

Neste estudo, o tratamento a 60°C promoveu aumento significativo em todos os CRS, indicando alteração dos componentes da farinha. Apesar dos valores de CRS aumentarem conforme a diminuição do tamanho de partícula (BARAK, MUDGIL e KHATKAR, 2012), a farinha de arroz não demonstrou esta relação, uma vez que o controle possui granulometria menor que as tratadas por *annealing*.

Ao analisar farinha de trigo, Kweon, Slade e Levine (2011) afirmam que a elevação no dado de CRbase permite distinguir amidos danificados e/ou pré-gelatinizados de amidos intactos e/ou nativos. Em conjunto com os resultados de CRagua e CRacido, a farinha tratada a 60°C apresenta indícios de pré-gelatinização.

### **5.5 Poder de inchamento (PI)**

Os resultados para poder de inchamento para o amido tratado ou não por *annealing* se encontram na Figura 16.

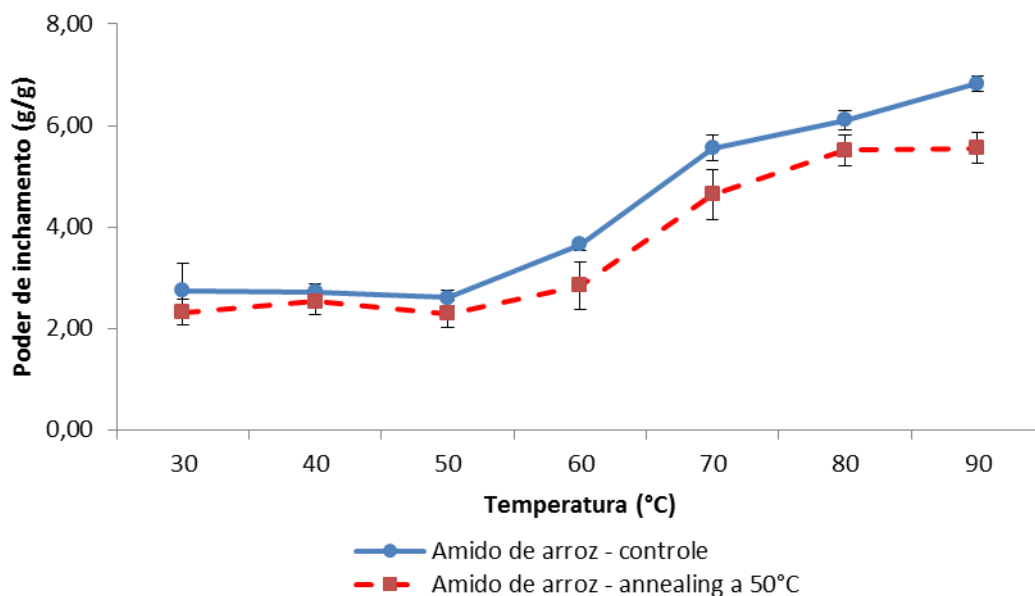


Figura 16 - Poder de inchamento de amido de arroz tratado ou não por *annealing*

Pode-se observar a diferença significativa do poder de inchamento no amido tratado a partir de 60°C quando comparado ao controle (APÊNDICE A), resultado este condizente com o encontrado na literatura (HORMDOK e NOOMHORM, 2007; ZAVARESE, 2009; ZENG *et al.*, 2015). Dias e colaboradores (2010) afirmam que o poder de inchamento é influenciado por fatores como a estrutura da amilopectina, teor de amilose e a extensão das interações entre si das amiloses e amilopectinas. O resultado encontrado provavelmente é reflexo da formação de novas ligações glicosídicas durante o *annealing* levando a maior perfeição cristalina dos grânulos tratados (CHUNG, LIU e HOOVER, 2009).

O comportamento do poder de inchamento para as amostras de farinha de arroz tratadas ou não por *annealing* encontram-se na Figura 17.

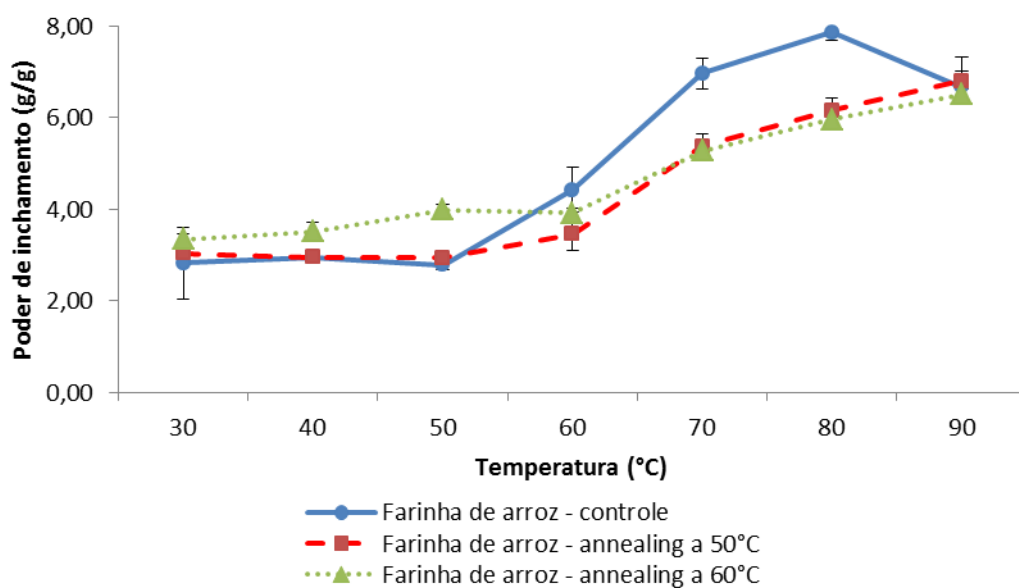


Figura 17 - Poder de inchamento de farinha de arroz tratada ou não por *annealing*

As farinhas estudadas tiveram o comportamento similar ao observado aos amidos, com a elevação mais discreta do poder de inchamento das farinhas com *annealing* após temperaturas próximas a 60°C, quando comparadas a farinha controle. Sob temperaturas mais baixas, no entanto, a farinha com *annealing* a 60°C apresentou PI acima das demais amostras, sendo esta uma evidência de alteração nos componentes da farinha.

### 5.6 Índice de solubilidade (IS)

O comportamento do índice de solubilidade (IS) para o amido de arroz tratado ou não por *annealing* encontram na Figura 18.

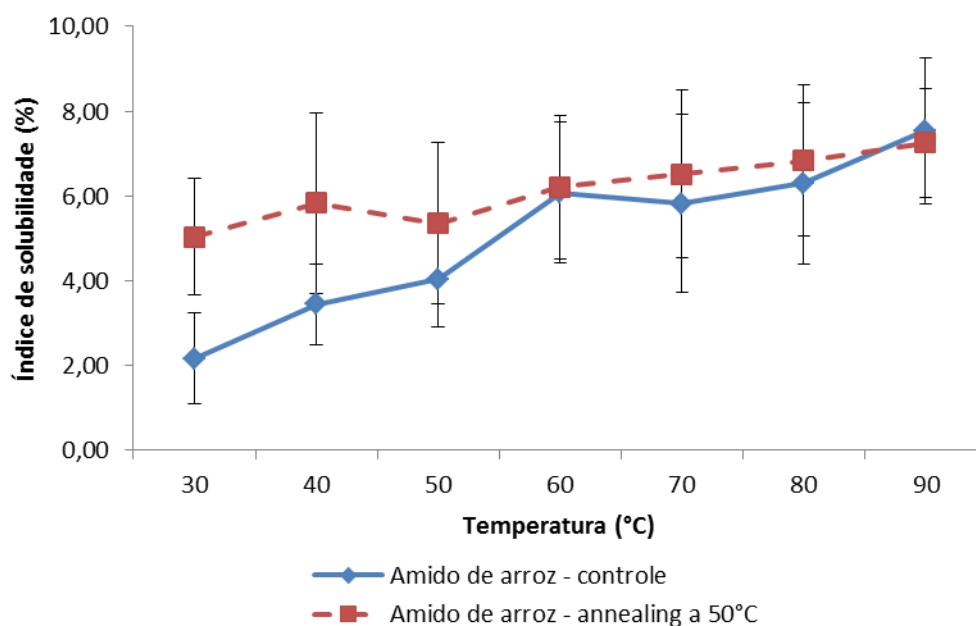


Figura 18 - Índice de solubilidade de amido de arroz tratado ou não por *annealing*

Para o amido tratado, o índice de solubilidade (IS) não diferiu do controle (APÊNDICE B), resultado que está de acordo com o encontrado por Hormdok e Noomhorm (2007) para arroz. Zeng e colaboradores (2015) relacionam menor IS com o aumento da força de ligação entre as cadeias glicosídicas. No presente estudo, o maior IS sob temperatura inicial de análise pode representar a elevação da porosidade dos grânulos (CUNG, LIU e HOOVER, 2010) ou mesmo o enfraquecimento das ligações durante o *annealing*. A formação de novas ligações, se houveram, não foram suficientes para afetar o IS final.

O comportamento do IS para as amostras de farinha de arroz tratadas ou não por *annealing* encontram-se na Figura 19.

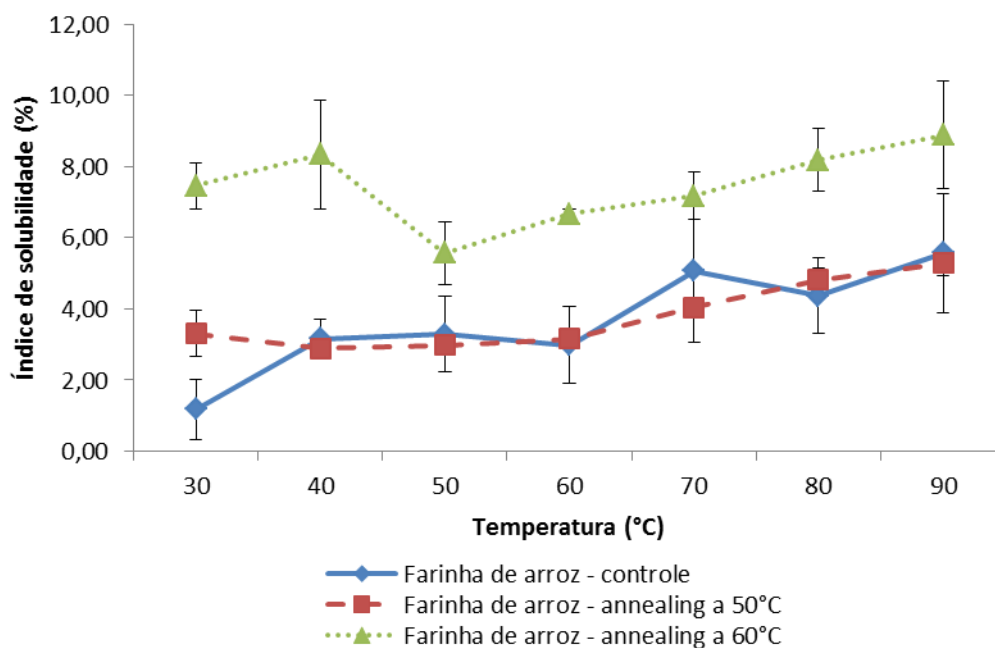


Figura 19 - Índice de solubilidade de farinha de arroz tratada ou não por *annealing*

As farinhas controle e com *annealing* a 50°C tiveram o comportamento similar, não diferindo entre si ao longo da temperatura.

O índice de solubilidade é maior na farinha tratada a 60°C, em todas as temperaturas. Ao contrário da diminuição esperada, o tratamento a temperatura de 60°C aparentemente causou uma desorganização intragranular, conferindo maior capacidade de absorver água, característica de gelatinização parcial da farinha.

### 5.7 Propriedades termofísicas

As propriedades termofísicas determinadas em amostras de amido de arroz tratadas ou não por *annealing* encontram-se na Tabela 12.

Tabela 12 – Propriedades termofísicas de amostras de amido de arroz tratadas ou não por *annealing*

Amido	To (°C)	Tp (°C)	Tc (°C)	Tc-To (°C)	ΔH (J/g)
Controle	63,20 ± 1,20 <sup>b</sup>	67,99 ± 0,42 <sup>b</sup>	72,57 ± 0,43 <sup>a</sup>	9,37 ± 1,61 <sup>a</sup>	6,83 ± 1,61 <sup>a</sup>
<i>Annealing</i> a 50°C	65,91 ± 0,30 <sup>a</sup>	69,41 ± 0,33 <sup>a</sup>	72,89 ± 0,30 <sup>a</sup>	6,98 ± 0,16 <sup>a</sup>	6,50 ± 0,72 <sup>a</sup>

To – temperatura de início de gelatinização

Tp – temperatura de pico

Tc – temperatura de conclusão de gelatinização

Tc-To – faixa de gelatinização

ΔH - entalpia

Médias seguidas pela mesma letra na coluna não diferem entre si pelo teste t a 5% de probabilidade

As propriedades termofísicas se referem à faixa de gelatinização do amido, suas temperaturas, além da entalpia envolvida no processo. Os dados revelam que as temperaturas To e Tp aumentaram após o tratamento. Esta é uma característica típica do *annealing*, devido à necessidade de maior temperatura para gelatinizar um grânulo de amido mais compacto (TESTER e DEBON, 2000; SERRANO e FRANCO, 2005). Segundo Jayakody e Hoover (2008), o *annealing* promove um aumento das ligações intermoleculares entre amiloses, com formação de duplas hélices, sendo necessária maior quantidade de energia para romper estas ligações.

Não houve diferença significativa entre a entalpia dos amidos testados ( $p > 0,05$ ), resultado similar aos de outros estudos (KNUTSON, 1990; LAN *et al.*, 2008; TESTER, DEBON e KARKALAS, 1998; WANG *et al.*, 2014; ZENG *et al.*; 2014). Conforme Lan e colaboradores (2008), os dados indicam que não houve a formação de duplas hélices devido ao *annealing*. Vamadevan e colaboradores (2013) observaram a reorientação das duplas hélices existentes, e a reorganização dos cristais dentro dos grânulos, sem a formação de novas ligações entre as cadeias, o que pode explicar os dados obtidos. Ao avaliar amostras de milho, Wang e colaboradores (2014) verificaram o aumento da entalpia somente após 72 horas em tratamento. A duração do *annealing* no presente estudo pode ter sido insuficiente para promover mudança significativa na entalpia. Um tratamento mais longo formaria novas ligações entre as cadeias glicosídicas, deixando o grânulo ficar mais compacto e evidenciando

melhor as características dadas pelo *annealing* (OSUNDAHUNSI, SEIDU e MUELLER, 2010).

As propriedades termofísicas das amostras de farinha de arroz tratadas ou não por *annealing* encontram-se na Tabela 13.

Tabela 13 – Propriedades termofísicas de amostras de farinha de arroz tratadas ou não por *annealing*

Farinha	To (°C)	Tp (°C)	Tc (°C)	Tc-To (°C)	ΔH (J/g)
Controle	62,10 ± 0,73 <sup>c</sup>	67,88 ± 0,42 <sup>c</sup>	71,07 ± 1,31 <sup>c</sup>	8,97 ± 1,27 <sup>a</sup>	3,52 ± 1,02 <sup>b</sup>
<i>Annealing</i> a 50°C	65,98 ± 0,14 <sup>b</sup>	69,59 ± 0,17 <sup>b</sup>	73,26 ± 0,24 <sup>b</sup>	7,28 ± 0,15 <sup>b</sup>	6,66 ± 0,84 <sup>a</sup>
<i>Annealing</i> a 60°C	71,07 ± 0,51 <sup>a</sup>	74,32 ± 0,35 <sup>a</sup>	77,46 ± 0,59 <sup>a</sup>	6,37 ± 0,67 <sup>b</sup>	4,28 ± 1,59 <sup>b</sup>

To – temperatura de início de gelatinização

Tp – temperatura de pico

Tc – temperatura de conclusão de gelatinização

Tc-To – faixa de gelatinização

ΔH - entalpia

Médias seguidas pela mesma letra na coluna não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade

Observou-se o aumento das temperaturas To, Tp e Tc, e da entalpia, além do estreitamento da faixa de gelatinização nas farinhas tratadas a 50°C. Estes resultados foram similares para a farinha tratada a 60°C, exceto pela entalpia, que nesse caso não foi alterada. O comportamento observado foi reportado em outros estudos, os quais evidenciaram que o *annealing* conduzido a temperaturas mais próximas a To obtiveram alterações mais significativas nas suas propriedades (CHUNG, LIU e HOOVER, 2009; DIAS *et al.*, 2010).

Estudos realizados por Serrano e Franco (2005) mostraram que as temperaturas de *annealing* próximas ao To promoveram diminuição da entalpia, que foi atribuída a possível gelatinização parcial da farinha. Por outro lado, sua maior granulometria em relação ao controle pode ter reduzido o impacto da gelatinização na entalpia (HASJIM, LI e DHITAL, 2013). Outras características que poderiam corroborar a hipótese de gelatinização parcial da farinha de arroz tratada a 60°C são os valores elevados de índice de

solubilidade, capacidade de retenção de solventes e as temperaturas iniciais de poder de inchamento.

### 5.8 Teor de amido resistente (AR)

O teor de amido resistente das amostras de amido de arroz tratadas ou não por *annealing* encontra-se na Tabela 14.

Tabela 14 – Teor de amido resistente nas amostras de amido de arroz tratada ou não por *annealing*

Amido	Amido Resistente (%bs)
Controle	17,80 ± 2,11 <sup>a</sup>
<i>Annealing</i> a 50°C	19,05 ± 0,79 <sup>a</sup>

Médias seguidas pela mesma letra na coluna não diferem entre si pelo teste t a 5% de probabilidade

O *annealing* não alterou de forma significativa ( $p > 0,05$ ) o teor de amido resistente entre o amido controle e o tratado a 50°C. Este resultado está coerente com amidos de arroz com baixa amilose (ZAVARESE, 2010; ZENG *et al.*, 2015). Além disso, a reorganização granular esperada com o *annealing* pode ter sido acompanhada de elevação na porosidade dos grânulos, o que facilitaria a digestão enzimática (CHUNG, LIU e HOOVER, 2010). Este resultado está relacionado com a cristalinidade relativa do amido, que será discutida posteriormente.

Zeng e colaboradores (2015) enfatizam a dificuldade de consenso em relação ao teor de amido resistente quando se compara com os dados na literatura. Esta dificuldade se deve a fatores diversos, como a fonte e concentração da enzima utilizada, tempo de hidrólise, condições do *annealing*, fonte do amido e sua espécie, além do aumento da porosidade do grânulo.

O teor de amido resistente nas amostras de farinha de arroz tratadas ou não por *annealing* encontra-se na Tabela 15. Assim como para o amido, a farinha controle e tratada a 50°C não diferiram entre si ( $p>0,05$ ).

Tabela 15 – Teor de amido resistente nas amostras de farinha de arroz tratada ou não por *annealing*

Farinha	Amido Resistente (%bs)
Controle	24,19 ± 4,96 <sup>a</sup>
<i>Annealing</i> a 50°C	23,12 ± 0,90 <sup>a</sup>
<i>Annealing</i> a 60°C	5,62 ± 0,44 <sup>b</sup>

Médias seguidas pela mesma letra na coluna não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade

A farinha com *annealing* a 60°C apresentou uma queda expressiva do teor de amido resistente. Ao avaliar o teor de AR em variedades de arroz, Cai e colaboradores (2015) observaram a diminuição do teor de AR após a gelatinização do amido, quando uma elevada quantidade de cadeias glicosídicas está disponível a ação enzimática. Esta relação entre teor de AR e gelatinização também foi reportada em amidos de milho, ervilha, lentilha, e feijão (CHUNG, LIU e HOOVER, 2009; CHUNG, LIU e HOOVER, 2010).

### **5.9 Cristalinidade relativa das amostras de amido**

Os valores de cristalinidade relativa para as amostras de amido de arroz tratadas ou não por *annealing* encontram-se na Tabela 16.

Tabela 16 – Cristalinidade relativa do amido de arroz tratados ou não por *annealing*

Amido	Cristalinidade relativa (%)
Controle	28,12 ± 5,52 <sup>a</sup>
<i>Annealing</i> a 50°C	28,61 ± 2,59 <sup>a</sup>

Médias seguidas pela mesma letra na coluna não diferem entre si pelo teste t a 5% de probabilidade

Não houve diferença significativa na cristalinidade relativa entre os dois amidos ( $p > 0,05$ ). Este resultado não era esperado, visto que a reestruturação dos grânulos de amido é considerada típica das modificações por *annealing*, propiciando a formação tanto de novas ligações entre amilose e amilopectina como de novos cristais, os quais resultariam em maior cristalinidade (GOMES, SILVA e RICARDO, 2005). Tal situação pode estar indicando que o *annealing* promoveu a alteração nas características dos cristalitos sem aumentar necessariamente sua quantidade (WANG *et al.*, 2014). Para se elevar a cristalinidade relativa, pode-se aumentar o tempo de tratamento de *annealing*, uma vez que em tempos elevados as modificações causadas pelo *annealing* se tornam mais evidentes.

Como efeito prático, a cristalinidade relativa inalterada explica o teor de amido resistente, índice de solubilidade e a entalpia, demonstrados nas Tabelas 12, 13, 14 e 15 e Figuras 18 e 19.

### 5.10 Capacidade de autoexpansão

As propriedades referentes à capacidade de autoexpansão neste estudo encontram-se nas Tabelas 17 e 18.

Tabela 17 – Propriedades de autoexpansão das amostras de amido de arroz tratados ou não por *annealing*

Amido	Volume total (mL)	Volume específico (mL/g)	Volume específico em 100g (mL/g/100g)
Controle	11,13 ± 2,33 <sup>a</sup>	1,48 ± 0,37 <sup>a</sup>	25,03 ± 6,26 <sup>a</sup>
<i>Annealing</i> a 50°C	11,29 ± 1,09 <sup>a</sup>	1,58 ± 0,12 <sup>a</sup>	27,02 ± 1,75 <sup>a</sup>

Médias seguidas pela mesma letra na coluna não diferem entre si pelo teste t a 5% de probabilidade

Tabela 18 – Propriedades de autoexpansão das amostras de farinha de arroz tratadas ou não por *annealing*

Farinha	Volume total (mL)	Volume específico (mL/g)	Volume específico em 100g (mL/g/100g)
Controle	11,71 ± 1,25 <sup>a</sup>	1,59 ± 0,20 <sup>a</sup>	32,32 ± 4,51 <sup>a</sup>
<i>Annealing</i> a 50°C	12,00 ± 1,63 <sup>a</sup>	1,64 ± 0,19 <sup>a</sup>	31,51 ± 3,40 <sup>a</sup>
<i>Annealing</i> a 60°C	11,08 ± 1,65 <sup>a</sup>	1,49 ± 0,18 <sup>a</sup>	29,66 ± 3,28 <sup>a</sup>

Médias seguidas pela mesma letra na coluna não diferem entre si pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade

Não houve diferença significativa ( $p > 0,05$ ) no volume total e específico, ou no volume específico em 100g de amostra, para o amido e as farinhas tratados por *annealing*, quando comparados aos seus respectivos controles. Estes resultados demonstram que o *annealing* não interferiu nas propriedades de autoexpansão (Figura 20). Não foram encontrados estudos de capacidade de autoexpansão em arroz para comparação.

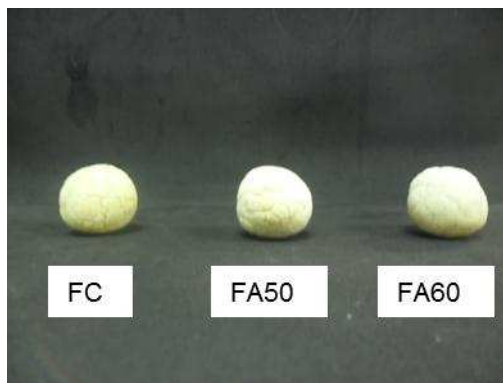


Figura 20 – Massas expandidas de farinha de arroz tratadas ou não por *annealing*, sendo FC = farinha de arroz - controle, FA50= farinha de arroz - *annealing* a 50°C e FA60= farinha de arroz - *annealing* 60°C.

Os principais estudos desta propriedade foram realizados em polvilho azedo, um amido de mandioca que, em seu processamento industrial, é fermentado naturalmente durante sua secagem ao sol (DINIZ, 2006). Esta secagem confere as condições de umidade e temperatura necessárias para que ocorra o *annealing*.

Ao comparar a fécula de mandioca com polvilho azedo comercial, Marcon e colaboradores (2009) relataram maiores índice de solubilidade e diminuição nas propriedades termofísicas do polvilho azedo, características consideradas típicas de amido com elevada capacidade de autoexpansão.

Diferente do observado no presente estudo, os resultados obtidos por Marcon e colaboradores (2009) indicam que o *annealing* somente não será o suficiente para induzir a autoexpansão em farinhas e amidos de arroz. Novos estudos com a combinação de *annealing*, fermentação láctica e irradiação com luz ultravioleta serão importantes para permitir maior compreensão do mecanismo de capacidade de autoexpansão em arroz.

## 6 CONCLUSÃO

Ao avaliar as propriedades físicas dos materiais neste estudo, conclui-se que a modificação por *annealing* ocorreu mesmo sem exibir alteração na cristalinidade relativa. Sugere-se, neste caso, que o *annealing* resultou apenas na reorientação e reorganização das cadeias glicosídicas já presentes, característica da vertente de perfeição cristalina. Provavelmente o reduzido tempo de tratamento utilizado tenha sido insuficiente para garantir compactação efetiva dos grânulos de amido nas amostras estudadas, e promover todas as modificações esperadas (diminuição do índice de solubilidade, elevação da entalpia, entre outros). Novos estudos com tempos maiores de tratamento são recomendados.

A farinha de arroz com *annealing* a 60°C apresentou indícios de gelatinização parcial dos grânulos de amido. Mas quando submetidos a 50°C, tanto a farinha e quanto o amido de arroz apresentaram características muito similares, indicando a possibilidade de realizar o *annealing* diretamente na farinha, diminuindo custos e tempo para a utilização de produto tratado. Ainda seriam necessários mais estudos para realizar esta substituição, corrigindo a diferença entre a granulometria da farinha com o amido, e avaliando outras características, como sensorial, tempo de prateleira, e seu impacto na produção de produtos sem glúten.

## 7 EXPECTATIVAS FUTURAS

Em complementação a este trabalho, sugere-se:

- Elevar o tempo do *annealing* para 24hs ou maior, para permitir maior reorganização e compactação dos grânulos de amido;
- Avaliar outras temperaturas para o tratamento de *annealing*, na faixa de 50°C e 60°C;
- Devido ao *annealing* ser um tratamento térmico de longa duração, é necessário avaliar o impacto nos demais constituintes da farinha, como verificar a biodisponibilidade deles, se houve desnaturação proteica ou alteração em sua conformação, etc.;
- Avaliar outras propriedades tecnológicas como propriedade de mistura e pasta, estabilidade a congelamento e descongelamento, claridade e rigidez de gel.
- Conhecer o impacto causado em produtos sem glúten, como pães, biscoitos e massas alimentícias;
- Avaliar as propriedades de autoexpansão utilizando o *annealing* junto com a fermentação e a secagem ao sol, e ver a relação entre eles;
- Utilizar diferentes variedades de arroz, bem como farinhas produzidas com diferentes tipos de moinhos e metodologias;
- Utilizar outras fontes botânicas.

## 8 REFERÊNCIAS

AACC. AMERICAN ASSOCIATION OF CEREAL CHEMISTS. **Approved Methods**. 10<sup>th</sup> ed. St. Paul, Minnesota, 2000.

AMARAL, L.; JAIGOBIND, A.G.A.; JAISINGH, S. **Dossiê Técnico: Processamento de mandioca**. Instituto de Tecnologia do Paraná, março de 2007.

AMIDOS: fontes, tipos e propriedades. **Revista Aditivos e Ingredientes**. Ed. Insumos, n.98, p.34-43, 2013.

AOAC. ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official Methods of Analysis**. 19a. ed. Gaithersburg, MD: AOAC International, 2012.

ASMEDA, R.; NOORLAILA, A.; NORZIAH, M.H. Relationships of damaged starch granules and particle size distribution with pasting and thermal profiles of milled MR263 rice flour. **Food Chemistry**, 2015.

BAO, J.; BERGMAN, C.J. The functionality of rice starch. In.: ELIASSON, A.-C. **Starch in food Structure, function and applications**. CRC Press, 2004. 599 p.

BARAK, S.; MUDGIL, D.; KHATKAR, B.S. Effect of flour particle size and damaged starch on quality of cookies. **Journal of Food Science and Technology**, 2012.

BEMILLER, J.N.; HUBER, K.C. Carboidratos. In: DAMODARAN, S.; PARKIN, K.L.; FENNEMA, O.R. **Química de Alimentos de Fennema**. 4<sup>a</sup> Edição. Artmed, 2010. p. 76-130.

BEMILLER, J.; WHISTLER, R. **Starch Chemistry and Technology**. Elsevier Inc, 2009. Terceira edição. p. 569-578.

BERK, Z. **Food Process Engineering and Technology**. Elsevier Inc., 2013. 690 p.

BERTOLINI, A.C.; MESTRES, C.; COLONNA, P. Rheological properties of acidified and UV-irradiated starches. **Starch/Stärke**, n.52, p.340-344, 2000.

BHATTACHARYA, K. R. **Rice quality: A guide to rice properties and analysis**. Woodhead Publishing, 2011. 606 p. Cap. 9: Product-making quality of rice, p. 298-336.

BRITAIN, H.G. Particle-Size Distribution, Part III: Determination by Analytical Sieving. **Pharmaceutical Technology**, v.26, n.12, p.56-64, 2002.

CAI, J.; MAN, J.; HUANG, J.; LIU, Q.; WEI, W.; WEI, C. Relationship between structure and functional properties of normal rice starches with different amylose contents. **Carbohydrates Polymers**, v. 125, p. 35-44, 2015.

CEREDA, M.P. Série Cultura de Tuberosas Amiláceas Latino Americanas, Vol 1 - **Propriedades Gerais do Amido**. Fundação Cargill, São Paulo, 2001. 207p.

CEREDA, M.P.; VILPOUX, O. Polvilho azedo, critérios de qualidade para uso em produtos alimentares. In: CEREDA, M.P.; VILPOUX, O. **Tecnologia, Usos e Potencialidades de Tuberosas Amiláceas Latino-Americanas**. Série Cultura de Tuberosas Amiláceas Latino Americanas, Vol 3. Cap. 13. Fundação Cargill, São Paulo, 2003. p.246-332.

CEREDA, M.P.; VILPOUX, O.; DEMIATE, I.M. Amidos modificados. In: CEREDA, M.P.; VILPOUX, O. **Tecnologia, Usos e Potencialidades de Tuberosas Amiláceas Latino-Americanas**. Série Cultura de Tuberosas Amiláceas Latino Americanas, Vol 3. Cap. 12. Fundação Cargill, São Paulo, 2003. p.246-332.

CHAM, S.; SUWANNAPORN, P. Effect of hydrothermal treatment of rice flour on various rice *noodles* quality. **Journal of Cereal Science**, n.51, p.284-291, 2010.

CHIU, C.-W.; SOLAREK, D. Capítulo 17: Modification of starches. In: BEMILLER, J.; WHISTLER, R. **Starch Chemistry and Technology**. Elsevier Inc, 2009. Terceira edição. p.629-655.

CHUNG, H-J; LIU, Q.; HOOVER, R. Impact of *annealing* and heat-moisture treatment on rapidly digestible, slowly digestible and resistant starch levels in native and gelatinized corn, pea and lentil starches. **Carbohydrate Polymers**, v.75, p.436-447, 2009.

CHUNG, H-J; LIU, Q.; HOOVER, R. Effect of single and dual hydrothermal treatments on the crystalline structure, thermal properties, and nutritional fractions of pea, lentil, and navy bean starches. **Food Research International**, v.43, p.501-508, 2010.

COLLADO, L.S.; CORKE, H. Starch Properties and Functionalities. In: KALETUNÇ, G.; BRESLAUER, K.J. **Characterization of Cereals and Flour: Properties, Analysis, and Applications**. Marcel Dekker, Inc. 2003.

CUNHA, V.A.G.; FRANCO, C.M.L.; FELIZARDO, S.G.; ROCHA, T.S. **Efeito do *annealing* nas propriedades físico-químicas dos amidos de diferentes fontes botânicas**. XXI Congresso de Iniciação Científica, UNESP, 2009.

DIAS, A.R.G.; ZAVARESE, E.R.; SPIER, F.; CASTRO, L.A.S.; GUTKOSKI, L.C. Effects of *annealing* on the physicochemical properties and enzymatic susceptibility of rice starches with different amylose contents. **Food Chemistry**, v.123, p.711-719, 2010.

DINIZ, I.P. **Caracterização tecnológica do polvilho azedo produzido em diferentes regiões do estado de Minas Gerais**. 2006. 103p. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) – Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, MG, 2006.

EVANS, A. Resistant Starch and Health. In: WRIGLEY, C.; CORKE, H.; SEETHARAMAN, K.; FAUBION, J. **Encyclopedia of Food Grains**. Volume 2: Nutrition and Food Grains. Second Edition. Academic Press, Elsevier Ltd. 2016. 315 p.

FALADE, K.O.; AYETIGBO, O.E. Effects of *annealing*, acid hydrolysis and citric modifications on physical and functional properties of starches from four yam (*Dioscorea* spp.) cultivars. **Food Hydrocolloids**, xxx, p.1-11, 2014.

FAO. **Food and Agriculture Organization**. International Year of Rice 2004. Disponível em <[http://www.fao.org/rice2004/index\\_en.htm](http://www.fao.org/rice2004/index_en.htm)>. Acesso em 03 jan. 2015.

FAOSTAT. **FAO Statistics Division**. Commodities production/ Countries for commodity. 2014. Disponível em < <http://faostat3.fao.org/>>. Acesso em 27 fev. 2015.

FARINHAS: de trigo, de outros cereais e de outras origens. **Revista Aditivos e Ingredientes**. Ed. Insumos, n.57, p.42-47, 2008.

GOMES, A.M.M.; SILVA, C.E.M. da; RICARDO, N.M.P.S.; SASAKI, J.M.; GERMANI, R. Impact of *annealing* on the physicochemical properties of unfermented cassava starch (“Polvilho doce”). **Starch/Stärke**, v.56, p.419-423, 2004

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

HASJIM, J.; LI, E.; DHITAL, S. Milling of rice grains: Effects of starch/flour structures on gelatinization and pasting properties. **Carbohydrate Polymers**, v.92, p.682-690, 2013.

HAYES, A.M.R.; JONES, J.M. Cultural Differences in Processing and Consumption. In: WRIGLEY, C.; CORKE, H.; SEETHARAMAN, K.; FAUBION, J. **Encyclopedia of Food Grains**. Volume 2: Nutrition and Food Grains. Second Edition. Academic Press, Elsevier Ltd. 2016. 315 p.

HOOVER, R.; VASANTHAN, T. The effect of *annealing* on the physicochemical properties of wheat, oat, potato and lentil starches. **Journal of Food Biochemistry**, n.17, p.303-325, 1994.

HORMDOK, R.; NOOMHORM, A. Hydrothermal treatments of rice starch for improvement of rice noodle quality. **LWT – Food Science and Technology**, v.40, p.1723-1731, 2007.

HUANG, J.; SHANG, Z.; MAN, J.; LIU, Q.; ZHU, C.; WEI, C. Comparison of molecular structures and functional properties of high-amylose starches from rice transgenic line and commercial maize. **Food Hydrocolloids**, 2015.

HUNG, P.V.; VIEN, N.L.; PHI, N.T.L. Resistant starch improvement of rice starches under a combination of acid and heat-moisture treatments. **Food Chemistry**, 2015.

JAYAKODY, L.; HOOVER, R. Effects of *annealing* on molecular structure and physicochemical properties of starches from different botanical origins – A Review. **Carbohydrate Polymers**, v. 74, p. 691-703, 2008.

KAUR, M.; KAUR, N.; KAUR, M.; SANDHU, K.S. Some properties of rice grains, flour and starches: A comparison of organic and conventional modes of farming. **LWT – Food Science and Technology**, n.61, p.152-157, 2015.

KISELEVA, V.I.; KRIVANDIN, A.V.; FORMAL, J.; BLASZCZAK, W.; JELINSKI, T.; YURYEV, V.P. *Annealing* of normal and mutant wheat starches. LM, SEM, DSC, and SAXS studies. **Carbohydrate Research**, v.340, p.75-83, 2005.

KNUTSON, C.A. *Annealing* of maize starches at elevated temperatures. **Cereal Chemistry**, v.67, n.4, p.376-384, 1990

KONG, X.; ZHU, P.; SUI, Z.; BAO, J. Physicochemical properties of starches from diverse rice cultivars varying in apparent amylose contents and gelatinization temperature combinations. **Food Chemistry**, n.172, p.433-440, 2015.

KWEON, M.; SLADE, L.; LEVINE, H. Role of glassy and crystalline transitions in the responses of corn starches to heat and high pressure treatments: Prediction of solute-induced barostability from solute-induced thermostability. **Carbohydrate Polymers**, v.72, p.293-299, 2008.

KWEON, M.; SLADE, L.; LEVINE, H. Solvent Retention Capacity (SRC) Testing of wheat flour: Principles and value in predicting flour functionality in different wheat-based food processes and in wheat breeding – A review. **Cereal Chemistry**, v.88, n.6, p.537-552, 2011.

LAN, H.; HOOVER, R.; JAYAKODY, L.; LIU, Q.; DONNER, E.; BAGA, M.; ASARE, E.K.; HUCL, H.; CHIBBAR, R.N. Impact of *annealing* on the molecular structure and physicochemical properties of normal, waxy and high amylose bread wheat starches. **Food Chemistry**, v.111, p.663-675, 2008.

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

LEEWATCHARARONGJAROEN, J.; ANUNTAGOOL, J. Effects of dry-milling and wet-milling on chemical, physical and gelatinization properties of rice flour. **Rice Science**, v.23, n.5, p.274-281, 2016.

LIN, J.-H.; WANG, S.-W.; CHANG, Y.-H. Effects of molecular size on gelatinization thermal properties before and after *annealing* of rice starch with different amylose contents. **Food Hydrocolloids**, v.22, p.156-163, 2008.

LIN, J.-H.; WANG, S.-W.; CHANG, Y.-H. Impacts of acid-methanol treatment and *annealing* on the enzymatic resistance of corn starches. **Food Hydrocolloids**, v.23, p.1465-1472, 2009.

LIU, H.; YU, L.; SIMON, G.; DEAN, K.; CHEN, L. Effects of *annealing* on gelatinization and microstructures of corn starches with different amylose/amylopectin ratios. **Carbohydrate Polymers**, v.77, p.662-669, 2009.

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

MARIOTTI, M.; LUCISANO, M.; PAGANI, M.A.; NG, P.K.W. Effects of dispersing media and heating rates on pasting profiles of wheat and gluten-free samples in relation to their solvent retention capacities and mixing properties. **LWT – Food Science and Technology**, n.66, p.201-210, 2016.

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, p.716-726, 2009.

MASON, W.R. Capítulo 20: Starch Use in Foods. In.: BEMILLER, J.; WHISTLER, R. **Starch Chemistry and Technology**. Elsevier Inc, 2009. Terceira edição. p.745-795.

MEGAZYME. Megazyme International Ireland Ltd., 2011.

MITCHELL, C.R. Capítulo 13: Rice starches: Production and Properties. In.: BEMILLER, J.; WHISTLER, R. **Starch Chemistry and Technology**. Elsevier Inc, 2009. Terceira edição. p. 569-578.

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

OSUNDAHUNSI, O.F.; SEIDU, K.T.; MUELLER, R. Dynamic rheological and physicochemical properties of annealed starches from two cultivars of cassava. **Carbohydrate Polymers**, v. 83, p. 1916-1921, 2011

QIAN, H.; ZHANG, H. Rice flour and related products. In: BHANDARI, B.; BANSAL, N.; ZHANG, M.; SCHUCK, P. **Handbook of food powders: Processes and properties**. Woodhead Publishing Limited, 2013. p. 553-575.

RAM, S.; DAWAR, V.; SINGH, R.P.; SHORAN, J. Application of solvent retention capacity tests for the prediction of mixing properties of wheat flour. **Journal of Cereal Science**, n.42, p.261-266, 2005.

ROCHA, T.S.; FELIZARDO, S.G., JANE, J.; FRANCO, C.M.L. Effects of *annealing* on semicrystalline structure of normal and waxy corn starches. **Food Hydrocolloids**, v. 29, p. 93-99, 2012

ROSELL, C. M.; MARCO, C. Rice. In: ARENDT, E. K.; DAL BELLO, F. **Gluten-Free Cereal Products and Beverages**. Elsevier, 2008. p. 81-100

SERRANO, P.O.; FRANCO, C.M.L. Modificação hidrotérmica ("*Annealing*") e hidrólise enzimática do amido de mandioca. **Brazilian Journal of Food Technology**, v. 8, n. 3, p. 220-232, jul./set. 2005.

SEOW, C.C.; VASANTI-NAIR, C.K.; Sub-Tg *annealing* of granular rice starch: effects on enthalpy relaxation and starch-sucrose interactions. **Carbohydrate Research**, v. 261, p. 307-316, 1994.

SIMSEK, S.; OVANDO-MARTÍNEZ, M.; WHITNEY, K.; BELLO-PÉREZ, L.A. Effect of acetylation, oxidation and *annealing* on physicochemical properties of bean starch. **Food Chemistry**, v. 134, p. 1796-1803, 2012.

SINGH, H.; CHANG, Y.H.; LIN, J.-H.; SINGH, N.; SINGH, N. Influence of heat-moisture treatment and *annealing* on functional properties of sorghum starch. **Food Research International**, v. 44, p. 2949-2954, 2011.

TESTER, R.F.; DEBON, S. J.J. *Annealing* of starch – a review. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 27, p. 1-12, 2000.

TESTER, R.F.; DEBON, S.J.J.; KARKALAS, J. *Annealing* of wheat starch. **Journal of Cereal Science**, v. 28, p. 259-272, 1998.

TESTER, R.F.; DEBON, S.J.J.; SOMMERVILLE, M.D. *Annealing* of maize starch. **Carbohydrate Polymers**, v. 42, p. 287-299, 2000.

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

THOMAS, D. J.; ATWELL, W. A. **Starches**. American Association of Cereal Chemists, 1999. 94p.

TSUITSUI, K.; KATSUTA, K.; MATOBA, T.; TAKEMASA, M.; NISHINARI, K. Effect of *annealing* temperature on gelatinization of rice starch suspension as studied by rheological and thermal measurements. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 53, p. 9056-9063, 2005.

VAMADEVAN, V.; BERTOFT, E.; SOLDATOV, D.V.; SEETHARAMAN, K. Impact on molecular organization of amylopectin in starch granules upon *annealing*. **Carbohydrate Polymers**, v. 98, p. 1045-1055, 2013.

WADUGE, R.N.; HOOVER, R.; VASANTHAN, T.; GAO, J.; LI, J. Effect of *annealing* on the structure and physicochemical properties of barley starches of varying amylose content. **Food Research International**, v. 39, p. 59-77, 2006.

WANG, L.; WANG, Y. J. Comparison of Protease Digestion at Neutral pH with Alkaline Steeping Method for Rice Starch Isolation. **Cereal Chemistry**. v. 78, n. 6, p. 690-692, 2001.

WANG, L.; WANG, Y. J. Rice starch isolation by neutral protease and high-intensity ultrasound. **Journal of Cereal Science**. v. 30, p. 291-296, 2004.

WANG, S.; WANG, J.; YU, J.; WANG, S. A comparative study of *annealing* of waxy, normal and high-amylose maize starches: The role of amylose molecules. **Food Chemistry**, v. 164, p. 332-338, 2014.

YADAV, B.S.; GULERIA, P. YADAV, R.B. Hydrothermal modification of Indian water chestnut starch: Influence of heat-moisture treatment and *annealing* on the physicochemical, gelatinization and pasting characteristics. **LWT – Food Science and Technology**, v. 53, p.211-217, 2013

ZAVARESE, E. R. **Extração e tratamentos hidrotérmicos de amido de arroz**. 2009, 118 p. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia Agroindustrial) – Universidade Federal de Pelotas, Pelotas, RS, 2009.

ZAVARESE, E.R.; EL HALAL, S.L.M.; PEREIRA, J.M.; RADÜNZ, A.L.; ELIAS, M.C.; DIAS, A.R.G. Caracterização química e rendimento de extração de amido de arroz com diferentes teores de amilose. **Brazilian Journal of Food Technology**, II SSA, p. 24-30, janeiro 2009.

ZENG, F.; MA, F.; KONG, F.; GAO, Q.; YU, S. Physicochemical properties and digestibility of hydrothermally treated waxy rice starch. **Food Chemistry**, n. 172, p. 92-98, 2015.

ZHENG, B.; ZHANG, Y.; ZENG, H. Structural Characteristics and Prebiotic Effects of Lotus Seed Resistant Starch. In: WATSON, R.R.; PREEDY, V.R. **Probiotics, Prebiotics, and Symbiotics: Bioactive Foods in Health Promotion**. Academic Press, Elsevier Inc. Vol 1. Cap.13. 2016. p.195-211.

## APÊNDICE A – RESULTADO DE PODER DE INCHAMENTO

Tabela 19 – Poder de inchamento em amostras de amido de arroz tratados ou não por *annealing* (g/g).

Temperatura	Amido	
	Controle	<i>Annealing</i> a 50°C
30°C	2,74 ± 0,54 <sup>a</sup>	3,32 ± 0,25 <sup>a</sup>
40°C	2,72 ± 0,15 <sup>a</sup>	2,53 ± 0,24 <sup>a</sup>
50°C	2,60 ± 0,15 <sup>a</sup>	2,29 ± 0,24 <sup>a</sup>
60°C	3,65 ± 0,12 <sup>a</sup>	2,85 ± 0,46 <sup>b</sup>
70°C	5,55 ± 0,26 <sup>a</sup>	4,64 ± 0,49 <sup>b</sup>
80°C	6,11 ± 0,19 <sup>a</sup>	5,51 ± 0,31 <sup>b</sup>
90°C	6,82 ± 0,15 <sup>a</sup>	5,55 ± 0,31 <sup>b</sup>

Médias seguidas pela mesma letra na linha não possuem diferença significativa pelo teste t a 5% de probabilidade

Tabela 20 – Poder de inchamento em amostras de farinha de arroz tratadas ou não por *annealing* (g/g).

Temperatura	Farinha		
	Controle	<i>Annealing</i> a 50°C	<i>Annealing</i> a 60°C
30°C	2,82 ± 0,78 <sup>a</sup>	3,03 ± 0,11 <sup>a</sup>	3,34 ± 0,12 <sup>a</sup>
40°C	2,95 ± 0,12 <sup>b</sup>	2,95 ± 0,03 <sup>b</sup>	3,51 ± 0,20 <sup>a</sup>
50°C	2,79 ± 0,10 <sup>b</sup>	2,93 ± 0,15 <sup>b</sup>	3,99 ± 0,12 <sup>a</sup>
60°C	4,43 ± 0,48 <sup>a</sup>	3,45 ± 0,34 <sup>b</sup>	3,92 ± 0,11 <sup>ab</sup>
70°C	6,96 ± 0,48 <sup>a</sup>	5,37 ± 0,29 <sup>b</sup>	5,27 ± 0,05 <sup>b</sup>
80°C	7,86 ± 0,18 <sup>a</sup>	6,15 ± 0,28 <sup>b</sup>	5,96 ± 0,13 <sup>b</sup>
90°C	6,68 ± 0,35 <sup>a</sup>	6,80 ± 0,54 <sup>a</sup>	6,50 ± 0,13 <sup>a</sup>

Médias seguidas pela mesma letra na linha não possuem diferença significativa pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade

## APÊNDICE B – RESULTADO DE ÍNDICE DE SOLUBILIDADE

Tabela 21 – Índice de solubilidade em amostras de amido de arroz tratados ou não por *annealing* (%).

Temperatura	Amido	
	Controle	<i>Annealing</i> a 50°C
30°C	2,16 ± 1,07 <sup>b</sup>	5,04 ± 1,38 <sup>a</sup>
40°C	3,45 ± 0,95 <sup>a</sup>	5,83 ± 2,12 <sup>a</sup>
50°C	4,04 ± 1,12 <sup>a</sup>	5,35 ± 1,90 <sup>a</sup>
60°C	6,08 ± 1,67 <sup>a</sup>	6,21 ± 1,69 <sup>a</sup>
70°C	5,82 ± 2,10 <sup>a</sup>	6,51 ± 1,98 <sup>a</sup>
80°C	6,31 ± 1,90 <sup>a</sup>	6,84 ± 1,79 <sup>a</sup>
90°C	7,54 ± 1,73 <sup>a</sup>	7,26 ± 1,28 <sup>a</sup>

Médias seguidas pela mesma letra na linha não possuem diferença significativa pelo teste t a 5% de probabilidade

Tabela 22 – Índice de solubilidade em amostras de farinha de arroz tratadas ou não por *annealing* (%).

Temperatura	Farinha		
	Controle	<i>Annealing</i> a 50°C	<i>Annealing</i> a 60°C
30°C	1,18 ± 0,85 <sup>c</sup>	3,31 ± 0,64 <sup>b</sup>	7,45 ± 0,66 <sup>a</sup>
40°C	3,16 ± 0,52 <sup>b</sup>	2,89 ± 0,26 <sup>b</sup>	8,34 ± 1,53 <sup>a</sup>
50°C	3,29 ± 1,06 <sup>b</sup>	2,98 ± 0,27 <sup>b</sup>	5,57 ± 0,89 <sup>a</sup>
60°C	2,98 ± 1,09 <sup>b</sup>	3,15 ± 0,09 <sup>b</sup>	6,68 ± 0,14 <sup>a</sup>
70°C	5,08 ± 2,03 <sup>ab</sup>	4,04 ± 0,18 <sup>b</sup>	7,18 ± 0,67 <sup>a</sup>
80°C	4,37 ± 1,06 <sup>b</sup>	4,81 ± 0,34 <sup>b</sup>	8,19 ± 0,89 <sup>a</sup>
90°C	5,57 ± 1,67 <sup>b</sup>	5,28 ± 0,33 <sup>b</sup>	8,89 ± 1,51 <sup>a</sup>

Médias seguidas pela mesma letra na linha não possuem diferença significativa pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade