



**Avaliação da concentração de amido na raiz de genótipos de mandioca através das técnicas enzimáticas, Espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIV) e análise particular por difração a laser (Partica)**

Eloísa de Oliveira Simões Saliba<sup>1</sup>; Marianne Caron de Oliveira<sup>1</sup>, Evenilde Picardi Faria<sup>1</sup>, Norberto Mário Rodriguez<sup>1</sup>, Luiz Gustavo Pereira Ribeiro<sup>2</sup>, Iran Borges<sup>1</sup>, Guilherme Rocha Moreira<sup>1</sup>;

<sup>1</sup>Escola de Veterinária da UFMG / Belo Horizonte MG

<sup>2</sup>EMBRAPA Semi-árido Petrolina, PE.

**Resumo:** O objetivo desse trabalho foi avaliar a concentração de amido na raiz de nove genótipos de mandioca através do método convencional (enzimático), pela técnica espectroscópica no Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIV) e análise particular por difração a laser (Partica) e estabelecer padrões para a utilização dessas duas últimas técnicas instrumentais na análise de alimentos. Na comparação entre genótipos o delineamento experimental utilizado foi de blocos ao acaso, sendo as médias comparadas pelo teste de agrupamento de Scott-Knott, a 5% de probabilidade de erro. Houve diferença ( $p < 0,05$ ) entre os genótipos apenas nas análises feitas através da técnica enzimática e FTIV. Em algumas variedades a técnica enzimática tendeu a superestimar os resultados. Para a comparação entre métodos foi feita a análise de covariância no delineamento de blocos ao acaso, sendo as médias comparadas pelo teste SNK a 5% de probabilidade de erro. A média obtida pela técnica enzimática foi superior ( $p < 0,05$ ) às médias dos métodos instrumentais. As médias das técnicas instrumentais não diferiram entre si ( $p > 0,05$ ). O método convencional (enzimático) mostrou-se o mais laborioso e sujeito à variações nos resultados. Os métodos instrumentais mostraram-se promissores para sua utilização na determinação do amido, pela uniformidade de seus resultados e rapidez na execução.

**Palavras-chave:** Amido, difração a laser, espectroscopia, genótipos, mandioca

**Evaluation of the concentration of starch in cassava roots through enzymatical method, Infrared Spectroscopy (FTIR) and Laser Diffraction Particle Size analysis**

**Abstract:** The aim of this study was to evaluate the concentration of starch in the root of nine genotypes of cassava through the conventional method (enzyme), by infrared spectroscopy (FTIR) and by laser diffraction particle size analysis (Partica) and establish standards for the use of these two instrumental techniques in analysis of food. In the comparison between the genotypes, was utilized experimental design randomized blocks, with the averages compared by grouping test of Scott-Knott, with 5% error probability. There were differences ( $p < 0.05$ ) between genotypes only in the enzymatical method and FTIR. In some varieties the enzymatic technique tended to overestimate the results. The analysis of covariance in a randomized block design was utilized for comparison between methods, with the averages compared by the SNK test at 5% probability of error. The average obtained by the enzymatic technique was higher ( $p < 0.05$ ) the averages of instrumental methods. The average of FTIR and Partica techniques did not differ ( $p > 0.05$ ). The conventional method (enzyme) was the most laborious and subject to variations in results. The instrumental methods were shown to be promising for use in the determination of starch, by the uniformity of results and quickness of execution.

**Key-words:** cassava, infrared spectroscopy, laser diffraction, starch

**Introdução**

O estudo da composição química dos alimentos pode ser feito pelas técnicas químicas convencionais ou através de técnicas instrumentais (uso de equipamentos). Para a utilização das técnicas instrumentais, como a espectroscopia no infravermelho ou a análise particular por difração a laser, é necessária a padronização prévia feita a partir da comparação com as técnicas convencionais.

O objetivo desse trabalho foi avaliar a concentração de amido na raiz de nove genótipos de mandioca através do método convencional (enzimático), pela técnica espectroscópica no Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIV) e análise particular por difração a laser (Partica) e estabelecer padrões para a utilização dessas técnicas instrumentais na análise de alimentos.



## Material e métodos

Foram utilizadas raízes de nove genótipos de mandioca (Aramaris, Amansa Burro, BRS Brasília, Curvelinha, BRS Dourada, Engana Ladrão, BRS Guaíra, Gema de Ovo, Trouxinha), provenientes da EMBRAPA Semi-árido em Petrolina, PE. As amostras de raízes para a análise dos teores de amido foram pré-secas em estufa a 55°C, moídas em peneira de 1mm e encaminhadas para análise.

A quantificação do amido pela técnica enzimática foi feita pelo método amiloglicosidase –  $\alpha$ -amilase (McCleary et al., 1997) modificado. A determinação do amido por espectroscopia no Infravermelho com Transformada de Fourier foi feita no espectrofotômetro com transformada de Fourier modelo VARIAN 800 – FTIR, no qual efetuou-se curva padrão a partir de padrão purificado de amido em concentrações com limite de linearidade dentro do *range* esperado. Para isso, amido p.a. foi misturado com brometo de potássio (KBr) nas seguintes proporções (mg amido p.a.:mg brometo de potássio): 90:10, 70:30, 30:60, 10:90. Cada mistura foi feita com o auxílio de um gral de pedra ágata, sendo triturada por 5 minutos. Quinze miligramas da mistura foram utilizados para confecção de pastilhas em prensa manual. Uma pastilha somente com brometo de potássio (branco) foi feita para o desconto do *background* proporcionado pelo KBr. Foram feitas as leituras das pastilhas em espectros obtidos na região de 400 a 4000  $\text{cm}^{-1}$  com resolução de 4  $\text{cm}^{-1}$  obtidos por 12 varreduras. As concentrações das amostras foram obtidas por inferência na curva padrão, realizadas por software proveniente da Varian Resolutions®, apresentando um coeficiente de regressão de 0,956. As amostras de raiz de mandioca foram misturadas na proporção de 90mg de KBr para 10mg de amostra, sendo as pastilhas confeccionadas como descrito anteriormente. Procedeu-se a leitura da concentração linear na região espectral de 1644,284 a 859,88  $\text{cm}^{-1}$ .

A determinação do amido por dispersão a laser foi realizada no equipamento Partica LA 950 Horiba® com amplitude de medição entre 0,01 a 3000  $\mu\text{m}$ . Inicialmente foi feita a padronização de leitura no aparelho com amido p.a.. A partir disso, o aparelho foi calibrado para transmitância entre 98 e 97%. Em função da densidade das amostras foi estabelecida a velocidade do alimentador do equipamento em 140. Seguiram-se então as leituras das amostras.

Para a comparação entre cultivares, o delineamento estatístico utilizado foi o de blocos casualizados, sendo que as repetições de campo constituíram os blocos. Os dados obtidos foram comparados pelo teste de agrupamento de Scott-Knott, a 5% de probabilidade de erro, através do pacote SAEG (Sistema para Análises Estatísticas – UFV 2006). A comparação entre técnicas de determinação foi feita através de análise de covariância no delineamento de blocos ao acaso, onde os genótipos constituíram os blocos, e três repetições. Utilizou-se o teste SNK a 5% de probabilidade de erro para comparação das médias.

## Resultados e discussão

Na tabela 1 estão apresentados os resultados da porcentagem de amido na matéria seca, determinado pela técnica enzimática, Espectroscopia no Infravermelho com transformada de Fourier (FTIV) e pela técnica de difração a laser (Partica). Na técnica enzimática, a concentração de amido da variedade BRS Dourada foi menor ( $p < 0,05$ ) às demais variedades. Na variedade BRS Guaíra a técnica enzimática tendeu a superestimar os resultados observados por Oliveira et al. (2007), que reportou o valor de 86,5% para esta variedade. Entretanto, para as cultivares Amansa Burro e Engana Ladrão, os resultados obtidos são próximos aos encontrados na literatura (Pereira, 1991; Amante, 1996; Borges et al., 2002; Oliveira et al., 2007). Houve diferença ( $p < 0,05$ ) entre as cultivares quando analisadas pela técnica FTIV. As variedades Curvelinha, Trouxinha, Aramaris e Gema de Ovo apresentaram maiores concentrações de amido em relação às demais. Os valores encontrados na literatura para a variedade Aramaris estão dentro do intervalo observado na literatura, de 82,4 a 86,8% de amido (Borges et al., 2002; Oliveira et al., 2007). Não houve diferença ( $p > 0,05$ ) entre as variedades quando estas foram analisadas pelo o método de difração a laser. Os resultados encontrados foram similares aos encontrados na literatura para os genótipos Aramaris, BRS Guaíra e Dourada (Oliveira et al., 2007; Oliveira et al. 2007) e inferiores para as variedades Engana Ladrão e Amansa Burro (Pereira, 1991; Amarante, 1996; Borges et al. 2002).

A tabela 2 mostra os valores médios para percentual de amido na matéria seca obtidos pelos três métodos de determinação empregados. A média obtida pela técnica enzimática foi superior ( $p < 0,05$ ) às médias dos métodos instrumentais. Não houve diferença entre os métodos FTIV e Partica ( $p > 0,05$ ). O



método enzimático mostrou-se muito laborioso, constituído de várias etapas, portanto bastante sujeito a erros. Nesse experimento foi o que apresentou maior flutuação dos resultados, sendo necessário o aumento do número de réplicas por repetição. No entanto, os valores obtidos coincidem com a maioria dos resultados publicados na literatura, talvez pelo fato do método enzimático ser o mais comumente utilizado para esse tipo de análise. Os métodos instrumentais, por sua vez, apresentaram menores variações, maior rapidez, mínima manipulação e a vantagem de não necessitar do uso de reagentes. A técnica FTIV apresentou resultados coerentes, porém, aparentemente, superestimou o resultado da variedade Curvelinha em relação à literatura. Os resultados obtidos pelo analisador de partículas Partica foram os mais uniformes. As análises são muito rápidas, pois não exigem nenhum preparo da amostra além da moagem.

Tabela 1 – Porcentagem de amido na matéria seca da raiz de mandioca por diferentes técnicas de determinação

Técnica	Cultivares (% de amido na MS)									
	Ara	Bra	Gua	Cur	Dou	Eng	Gem	Tro	Ama	CV, %
Enzimática 1	81,62 a	91,80 a	91,42 a	85,29 a	73,51 b	85,85 a	84,96 a	86,69 a	88,83 a	4,1
FTIV 2	86,07 a	79,05 b	81,13 b	90,34 a	75,43 b	76,87 b	86,61 a	87,04 a	70,27 b	6,3
Partica 3	87,95	75,43	80,8	73,73	83,61	74,36	81,23	79,01	75,73	5,1

Médias seguidas de letras diferentes na linha diferem entre si pelo teste de Scott-Knott ( $p < 0,05$ ); Ara- Aramaris, Bra- Brasília, Gua-BRS Guaíra, Cur- Curvelinha, Dou- BRS Dourada, Eng- Engana ladrão, Gem- BRS Gema de Ovo, Tro- Trouxinha, Ama- Amansa Burro; 1- amido determinado pela técnica enzimática; 2- amido pela espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier; 3 - amido determinado pela técnica de difração a laser

Tabela 2 – Comparação entre as técnicas de determinação de amido

Técnica	% Amido na MS
Enzimática <sup>1</sup>	85,47 <sup>a</sup>
FTIV <sup>2</sup>	80,58 <sup>b</sup>
Partica <sup>3</sup>	78,65 <sup>b</sup>
CV, %	7,53

Médias seguidas de letras diferentes na coluna, diferem entre si pelo teste SNK ( $p < 0,05$ ). MS – matéria seca.

### Conclusão

Os métodos instrumentais mostraram-se promissores para sua utilização na determinação do amido, pela uniformidade de seus resultados e rapidez na execução.

### Literatura citada

- AMANTE, E. R. Caracterização de amidos de variedades de mandioca (*Manihot esculenta* Crantz) e de batata-doce (*Ipoema batatas*). 1986. 104f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos), Universidade Federal de Lavras, Lavras, 1986.
- BORGES, M. F. et al. Avaliação de variedades de mandioca para consumo humano. *Pesquisa Agropecuária Brasileira*. v. 37, n.11, 2002. p. 1559-1565.
- McCLEARY, B. V.; GIBSON, T. S.; MUGFORD, D. C. Measurement of total starch in cereal products by amyloglucosidase –  $\alpha$ -amylase method: collaborative study. *Journal of AOAC International*, v. 80, n. 3, 1997. p. 571-579.
- OLIVEIRA, L. L. et al. Composição físico-química de variedades de mandioca de mesa cultivadas no sistema orgânico. *Revista raízes e Amidos Tropicais*, v. 3, Botucatu, 2007.
- OLIVEIRA, V. D. et al. Avaliação de cultivares de mandioca na zona agreste de Sergipe. *XII Congresso Brasileiro da mandioca*. Paranaíba, 2007.
- PEREIRA, R. C. Relação entre características estruturais e bioquímicas e a textura do grão de milho. 1991. 54 f. Tese (Doutorado em Agronomia) Universidade Federal de Lavras, Lavras, 1991.