



# Efeito do grau de gelatinização sobre as propriedades de aerogéis de amido de batata doce (Ipoema batatas L.)

Palavras-Chave: aerogéis, amido, batata doce

Autores(as): Rafael Contatori dos Santos [FEA/UNICAMP] Ana Clara Troya Raineri Fiocco (coorientadora) [FEA/UNICAMP] Prof. <sup>a</sup> Dr. <sup>a</sup> Patricia Prediger [FT/UNICAMP] Prof. <sup>a</sup> Dr. <sup>a</sup> Carolina Siqueira Franco Picone (orientadora) [FEA/UNICAMP]

## **INTRODUÇÃO:**

A batata doce (*Ipoema batatas L*.) é um tubérculo composto predominantemente de amido (até 80% p. s.) (Zhu & Wang, 2014), com produção crescente no Brasil, aproximadamente 20 % nos últimos 10 anos (IBGE, 2022). O amido de batata doce e suas características quanto à formação de gel são pouco exploradas, bem como seu potencial tecnológico. A solução de amido gelatinizada, quando desidratada, pode resultar na formação de uma estrutura com alta porosidade e baixa densidade denominada aerogel.

Aerogéis apresentam propriedades muito interessantes para aplicações em embalagens, microencapsulação, adsorção de contaminantes, entre outros (Manzocco et al., 2021; Pierre & Pajonk, 2002). As fontes tradicionais de amido exploradas para formação de aerogéis são trigo, milho e batata (Kumar e Saxena, 2020), porém são raros os trabalhos com fontes de amido alternativas. Portanto, o projeto tem por objetivo estudar a formação de aerogéis de amido de batata doce a partir de diferentes concentrações e tempos de tratamento térmico.

### **METODOLOGIA:**

As batatas doces foram adquiridas em comércio local na região de Campinas (São Paulo, Brasil), higienizadas para posterior obtenção do amido através de extração aquosa. Suspensões de amido em concentrações variadas (C1, C2 e C3) foram submetidas a 4 diferentes tratamentos térmicos de forma a induzir distintos graus de gelatinização. Então, as amostras foram secas para obtenção dos aerogéis. e armazenados a 25°C em dessecador para posteriores caracterizações.

As propriedades reológicas das suspensões de amido foram avaliadas em um reômetro de tensão controlada através da metodologia adaptada de Zhu & Xie (2018). Foram realizadas rampas de temperatura de 20 a 90°C a 5 °C/ min, 0,5 Pa e 0,1 Hz. Após, as amostras foram mantidas a 90°C por diferentes intervalos de tempo (T1, T2, T3 e T4) e, em seguida, foram resfriadas a 2 °C/ min até 25 °C. Com a temperatura estabilizada em 25°C, realizou-se varredura de frequência, variando de 0,1 Hz até 40 Hz a 0,5 Pa.

A morfologia dos aerogéis foi observada por microscopia eletrônica de varredura (MEV) (LEO 440i - 6070 - LEO Electron Microscopy / Oxford, Cambridge, Inglaterra).

Para caracterização das propriedades mecânicas, utilizou-se texturômetro TA-XT Plus (*Stable Microsystems* Ltd., Surrey, Inglaterra) equipado com uma geometria cilíndrica de 40mm de diâmetro. As amostras foram comprimidas até 80% de sua altura original a uma velocidade de 1mm/s. A partir dos resultados obtidos, calculou-se a tensão e deformação através da lei de Hencky (Steffe, 1996), e posteriormente encontrou-se o módulo de Young (E) pela inclinação da região linear da curva tensão *vs* deformação.

A capacidade de absorção de água e óleo (*Cabs*) dos aerogéis foi determinada de acordo com Chaireh e colaboradores (2020), com pequenas modificações. As amostras cúbicas foram inicialmente pesadas e, em seguida, imersas em água/ óleo por 10 minutos e, posteriormente, centrifugadas a 5350g por 5 minutos em centrífuga LC-55R (*LUGUIMAC*, Buenos Aires, Argentina). A capacidade de retenção de água e óleo (*CR*) foi calculado de acordo com a metodologia adaptada de Plazzotta et al., 2020. Foi também calculado o índice de intumescimento (*Ints*) relacionando a massa de águe e óleo remanescente após a centrifugação com a massa inicial de aerogel. As equações utilizadas se encontram na Tabela 1.

	Cabs	CR	Ints
Equação	$\frac{S_2 - S_1}{S_1} \times 100$	$\frac{S_2 - S_3}{S_2} \times 100$	$\frac{S_3 - S_1}{S_1} \times 100$

**Tabela 1.** Equações para cálculo de Cabs, CR e Ints. S1 é a massa da amostra antes da imersão, S2 é a massa da amostra apósa imersão e S3 é o peso após centrifugação das amostras por 5 min a 5350g

#### **RESULTADOS E DISCUSSÃO:**

Na Figura 1 são apresentadas as curvas de aquecimento e platô de 15 min das dispersões de amido de batata doce em diferentes concentrações (C1, C2 e C3). Conforme esperado, as soluções de maior concentração de amido apresentaram maiores valores de módulo elástico e máximo de G' em menores temperaturas (Eliasson, 1986; Hansen, Hoseney & Faubion, 1991). Para ambas as amostras C2 e C3 a gelatinização e formação de rede (indicado pelo momento em que G' supera G") aconteceu em 72,3±0,1 °C. Para a concentração C1 a formação de rede ocorre somente ao atingir 79,3±3,0 °C. Essa maior temperatura de formação de rede é consequência da menor concentração de amido (Hansen, Hoseney & Faubion, 1991). As amostras demonstraram pouca variação de G' com o aumento da frequência, comportamento típico de sólidos viscoelásticos (Alloncle & Doublier, 1991; Achayuthakan, Suphantharika & Rao, 2006).

Na Figura 2A abaixo observa-se a tensão de Hencky necessária para que os aerogéis sejam deformados até 80% de sua altura inicial. As amostras de maior concentração (C3) são mais resistentes à compressão – aproximadamente 450 kPa - e apenas para a de tempo T1 de tratamento não foi observado ruptura da estrutura. Em geral, as amostras de concentração C1 não se mostraram sustentáveis, impossibilitando a análise. Com essas análises foi possível observar que o aumento da concentração e do tempo de tratamento térmico contribuem para um aumento da fragilidade e da tenacidade do material final. O fator que mais contribui para essas mudanças é a concentração. Na Figura 2B, observa-se o módulo de Young. De maneira geral, as amostras com concentrações maiores apresentaram valores maiores para o módulo de Young – entre 184 e 200 kPa. Esse comportamento é observado porque maiores concentrações de amido propiciam a formação de aerogéis mais densos e menos porosos, fatores que influenciam o módulo de Young (Ago, Ferrer & Rojas, 2016), ou seja, são estruturas mais rígidas. As propriedades do aerogel são altamente influenciadas pelo tipo de amido utilizado em sua elaboração, ainda assim, os resultados obtidos são compatíveis com os encontrados na literatura (Ago, Ferrer & Rojas, 2016; Wang et al., 2018; Druel et al., 2017).



Figura 1. Módulo elástico (símbolos fechados) e módulo viscoso (símbolos abertos) durante a etapa de aquecimento (fundo cinza) e varredura de tempo (fundo branco) das suspensões de amido em diferentes concentrações (C1, C2 e C3).



**Figura 2.** Resistência à compressão dos aerogéis. A) Tensão de Hencky; B) Módulo de Young. Nf –aerogéis não autossustentáveis. Letras minúsculas na mesma linha indicam diferença estatística p<0,05. Letras maiúsculas na mesma coluna indicam diferença estatística p<0,05.

A Figura 3 apresenta a microestrutura dos aerogéis obtida por MEV. Nota-se que para C1, a rede apresenta poros maiores e uma rede mais ramificada que resultam em uma rede mais frágil confirmada através da análise de propriedades mecânicas (Figura 2). Com o aumento da concentração de amido e do tempo de tratamento térmico, a rede torna-se menos ramificada, apresentando poros menores e mais fechados, mas mantendo-se altamente porosa.

Quanto à capacidade de absorção e retenção de água e óleo dos aerogéis (Tabela 2), os aerogéis mostraram-se estáveis após a imersão em água (exceto as amostras com baixa concentração de amido e tempo de tratamento térmico). De maneira geral, as amostras apresentaram elevados valores de absorção de água. Quanto maior a concentração de amido e maior tempo de gelatinização, maior foi a absorção de água. Os elevados

valores de absorção de água obtidos estão intimamente relacionados à natureza hidrofílica do amido e a alta porosidade da estrutura (Figura 3), que permite a imobilização da água por capilaridade no interior dos poros.



**Figura 3.** Morfologia dos aerogéis por microscopia eletrônica de varredura (150x) formados por diferentes concentrações de amido com tratamento térmico T3.

		C1				C2			C3				
		T1	Т2	Т3	Т4	T1	Т2	Т3	Т4	T1	Т2	Т3	Т4
Água	Cabs	nf	nf	462,19	341,97	nf	42,66	690,21	950,03	563,68	676,15	779,17	979,09
	(%)			aC	bB		сВ	bB	aA	dA	cA	bA	aA
	CR	nf	nf	44,81	37,62	nf	43,07	43,23	35,98	41,57	42,51	39,68	33,50
	(%)			aA	aA		aA	aA	aA	aA	aA	abA	bA
	Ints	nf	nf	64,29	0	nf	106,77	154,97	205,19	92,52	142,84	168,29	194,44
	(%)			aB	bB		bA	abA	aA	cA	bA	abA	aA
Óleo	Cabs	855,54	1530,51	1939,94	1485,73	904,70	1207,88	1288,76	1136,00	977,14	1009,38	993,20	930,40
	(%)	cA	bA	aA	bA	cA	abB	aB	bAB	aA	aB	aC	aB
	CR	13,43	9,38	7,31	9,06	16,80	15,50	19,62	31,31	17,70	24,28	26,93	35,33
	(%)	aB	bC	cC	bcC	bcA	сВ	bB	aB	cA	bA	bA	aA
	Ints	0	33,76	33,61	22,64	34,84	72,04	132,57	222,93	55,07	120,65	140,37	192,73
	(%)	bC	aC	aB	aB	dB	сВ	bA	aA	cA	bA	bA	aA

**Tabela 2.** Capacidade de absorção, retenção e índice de intumescimento dos aerogéis em óleo e água. Nf –aerogéis não autossustentáveis após imersão. Letras minúsculas na mesma concentração indicam diferença estatística p<0,05. Letras maiúsculas no mesmo tempo indicam diferença estatística p<0,05.

Todos os aerogéis foram estáveis à imersão em óleo e apresentaram altos índices de absorção, com destaque para os aerogéis com baixa concentração de amido. A rede mais aberta (Figura 3) dos aerogéis C1 favoreceu a absorção do óleo (mais viscoso que a água) independente do tempo de gelatinização utilizado. Porém a retenção de óleo em tais amostras foi menor que nas amostras mais concentradas, bem como foi menor o índice de intumescimento. O menor índice de intumescimento indica que grande parte do óleo absorvido foi liberado após a centrifugação.

Nas concentrações maiores de amido houve maior retenção de óleo e intumescimento. Nestas concentrações também foram observados altos índices de retenção de água e intumescimento.

## CONCLUSÕES

Foi observada uma alta influência dos parâmetros de processo estudados, concentração de amido e tempo de gelatinização sobre as características dos aerogéis de amido de batata doce. Houve um aumento da resistência à compressão e do módulo de Young com o aumento da concentração de amido e tempo de gelatinização. Outro diferencial observado foi a capacidade de absorção de óleo e água, consequência direta de sua morfologia. Com o aumento concentração de amido, a rede se tornou mais densa, possibilitando maior absorção de água e maior índice de intumescimento, indicando o aprisionamento de água. Enquanto concentrações menores de amido apresentaram poros maiores e rede mais aberta, o possibilitando a absorção de óleo. Com o auxílio destas correlações é possível modelar as propriedades dos aerogéis de amido de acordo com suas aplicações.

## **BIBLIOGRAFIA**

ACHAYUTHAKAN, P.; SUPHANTHARIKA, M.; RAO, M. A. Yield stress components of waxy corn starch-xanthan mixtures: Effect of xanthan concentration and different starches. **Carbohydrate Polymers**, v. 65(4), p. 469–478, 2006

ALLONCLE, M.; DOUBLIER, J. Viscoelastic properties of maize starch/hydrocolloid pastes and gels. **Food Hydrocolloids**, v. 5(5), p. 455–467, 1991

AGO, M.; FERRER, A.; ROJAS, O. J. Starch-Based Biofoams Reinforced with Lignocellulose Nanofibrils from Residual Palm Empty Fruit Bunches: Water Sorption and Mechanical Strength. **ACS Sustainable Chem. Eng.**, v. 4(10), p. 5546–5552, 2016 CHAIREH, S.; NGASATOOL, P.; KAEWTATIP, K. Novel composite foam made from starch and water hyacinth with beeswax coating for food packaging applications. **International Journal of Biological Macromolecules**, v. 165(A), p. 1382–1391, 2020 DRUEL, L.; BARDL, R.; VORWERG, W.; BUDTOVA, T. Starch Aerogels: A Member of the Family of Thermal Superinsulating Materials. **Biomacromolecules**, v. 18(12), p. 4232–4239, 2017

ELIASSON, A. Viscoelastic behaviour during the gelatinization of starch I. Comparison of wheat, maize, potato and waxy-barley starches. Journal of Texture Studies, v. 17(3), p. 253–265, 2007

HANSEN, L. M.; HOSENEY, R. C.; FAUBION J. M. Oscillatory Rheometry of Starch-Water Systems: Effect of Starch Concentration and Temperature. **Cereal Chem**, v. 68(4), p. 347–351, 1991

KUMAR, Y.; SAXENA, D. C. A Review on Starch Aerogel: Application and Future Trends. International Conference on Advancements in Engineering and Technology, v. 8, 2020

MANZOCCO, L.; MIKKONEN, K. S.; GARCÍA-GONZÁLEZ, C. A. Aerogels as porous structures for food applications: Smart ingredients and novel packaging materials. **Food Structure**, v. 28, 2021

PIERRE, A. C.; PAJONK G. M. Chemistry of Aerogels and Their Applications. **Chemical Reviews**, v. 102, p. 4243-4265, 2002 PLAZZOTTA, S.; CALLIGARIS, S.; MANZOCCO, L. Structural characterization of oleogels from whey protein aerogel particles. **Food Research International**, v. 132, 2020

#### STEFFE, J. F. Rheological Methods in Food Process Engineering, v. 2, 1996

WANG, Y.; WU, K.; XIAO, M.; RIFFAT, S. B.; SU, Y.; JIANG, F. Thermal conductivity, structure and mechanical properties of konjac glucomannan/starch based aerogel strengthened by wheat straw. **Carbohydrate Polymers**, v. 197, p. 284–291, 2018 ZHU, F.; WANG, S. Physicochemical properties, molecular structure, and uses of sweetpotato starch. **Trends in Food Science & Technology**, v. 36(2), p. 68–78, 2014

ZHU, F.; XIE, Q. Rheological and thermal properties in relation to molecular structure of New Zealand sweetpotato starch. **Food Hydrocolloids**, v. 83, p. 167–172, 2018