

Contribuição à adaptação de uma técnica, para uso em campo, de determinação da amilose em raízes de mandioca – Parte II

*Fernando Luiz Trindade Rego*¹

*Ricardo Luís Cardoso*²

*Fernando César Akira Urbano Matsuura*³

*Gilênio Borges Fernandes*⁴

Resumo

Este estudo teve como objetivo avaliar um método adaptado de determinação da amilose baseado no princípio da colorimetria, em bancada laboratorial, e de suas escalas de cores que possibilitassem as determinações qualitativa e semi-quantitativa no campo, para seleção, após a colheita, de raízes de mandioca por teores de amilose/amilopectina. Os experimentos foram conduzidos no Laboratório de Ciência e Tecnologia de Alimentos da EMBRAPA Mandioca e Fruticultura, utilizando-se cabines apropriadas. Foi elaborada uma curva padrão de amilose/amilopectina com dezenove pontos e posterior Escala de Cor correspondente, baseada no valores da escala Pantone®. Duas outras escalas de cor foram elaboradas a partir da Escala de Cor da curva padrão, sendo uma por faixa de teores baixos, médios e altos, e uma outra pelos valores médios dessas faixas de concentração de amilose. As análises espectrofotométrica e sensorial foram realizadas em seis variedades de mandiocas do Banco Ativo de Germoplasma da EMBRAPA Mandioca e Fruticultura. As escalas foram submetidas a uma avaliação sensorial com cento e trinta e oito avaliações, tanto para as soluções coloridas resultantes do desenvolvimento da técnica padrão, como para a técnica adaptada, com seus valores reduzidos em dez vezes em todas as etapas do protocolo de desenvolvimento. O modelo estatístico utilizado foi o da modelagem da proporção de acertos através de regressão logística, o que permitiu concluir que é possível elaborar um protocolo de adaptação da técnica padrão para determinação de amilose em raízes de mandioca, e que, pelo uso da Escala de Cor dos valores medianos das faixas de concentração, é possível expressar qualitativa e semi-quantitativa a presença de amilose em raízes de mandioca recém colhida.

Palavras-chave: *Manihot esculenta*. Amilose – determinação. Escala de cor.

INTRODUÇÃO

Fatores diversos fazem com que os produtores de mandioca realizem a colheita em qualquer época, não havendo preocupação com o período ou o teor de amido nas raízes. Na maioria das vezes, o produtor recebe o pagamento pelas raízes de mandioca em função do teor de amido, estimado através do seu peso es-

pecífico aparente, que consiste na pesagem da raiz e, em seguida, na imersão em um recipiente graduado, com volume conhecido de água, observando-se o deslocamento do líquido. O peso específico final é obtido dividindo-se o peso da raiz pelo volume do líquido deslocado e posteriormente relacionado a valores tabelados com

¹ Professor Adjunto - Faculdade de Farmácia da Universidade Federal da Bahia.

² Professor Titular - Escola de Agronomia da Universidade Federal da Bahia.

³ Pesquisador - Laboratório de Ciência e Tecnologia de Alimentos/EMBRAPA.

⁴ Professor Adjunto - Instituto de Matemática da Universidade Federal da Bahia.

Correspondência para / Correspondence to:

Fernando Luiz Trindade Rego

Laboratório de Controle de Qualidade.

Departamento de Análises Bromatológicas.

Faculdade de Farmácia - Universidade Federal da Bahia.

Rua Barão de Geremoabo, s/n – Campus de Ondina.

40.000-000. Salvador – Bahia – Brasil.

E-mail: trindade@ufba.br.

o teor de amido. A necessidade de determinar o teor de amido em variedades ou amostras de mandioca, em pequeno espaço de tempo e de forma rápida e eficiente nas indústrias de amido, torna indispensável a elaboração de métodos práticos que forneçam essas informações, tomando-se como referencial os métodos químicos preconizados pela literatura. Este estudo tem como objetivo avaliar e padronizar, em bancada laboratorial, um método adaptado de determinação da amilose, baseado no princípio da colorimetria, utilizando-se como referencial o método preconizado pela International Organization for Standardization (1987) e escalas de cores que possibilitem expressar qualitativa e semi-quantitativamente, no campo, a amilose em raízes de mandioca recém colhidas. Neste estudo, adotou-se o processo de impressão em quadricromia, em que a cor é criada sobre o suporte, usando-se quatro pigmentos transparentes – as tintas ciano, magenta, amarela e preta –, que agem como filtro e são conhecidas como cores de escala, ou tintas de escala, as quais, quando combinadas, podem formar milhares de cores. São identificadas pelas letras maiúsculas C, M, Y e K (CMYK). Os pigmentos das tintas absorvem apenas um terço da luz e transmitem os dois terços restantes do espectro visível, refletindo-e sobre os olhos do observador (SOUTHWOURT, M.; SOUTHWOURT, D., 1996; HORIE, 1999). Os computadores reproduzem, em seus monitores, as cores de maneira diferente da impressão no papel. No monitor, a cor é feita pela emissão de luz e, no papel impresso, a cor é feita pela reflexão da luz (Figura 5). Por outro lado, os monitores trabalham com cores RGB (Vermelho-R, verde-G e azul-B), e os impressos em CMYK. Essa diferença de cor entre monitor e papel é possível de ser corrigida pelo uso do sistema de escala, ou tabelas, Pantone®, com possibilidade de impressão em papel offset ou papel couché. (HORIE, 1999; PAPADAKIS et al., 2000).

MATERIAIS E MÉTODOS

Foram utilizadas cabines apropriadas para a realização das análises sensoriais, escalas de

cores e avaliadores. Os tubos de ensaio, com soluções coloridas resultantes do desenvolvimento das técnicas-padrão e adaptadas das amostras em estudo, foram apresentados aos avaliadores em série de quatro por vez, juntamente com uma das escalas de cores, em cabines brancas, sob a proteção da luz branca. Após o término da análise, com o uso da Escala 02 (Escala de cor das faixas de teores de amilose com dezenove pontos), era apresentada ao avaliador a segunda escala, a Escala 03 (Escala de cor com valores medianos, com três faixas), para avaliação das mesmas soluções anteriormente avaliadas. Em cada sessão apenas uma variedade de mandioca foi avaliada.

ANÁLISE SENSORIAL

As análises sensoriais, para cada parâmetro analisado, foram realizadas por equipes de 30 avaliadores de ambos os sexos, nas faixas etárias de 19 a 50 anos, totalizando cento e trinta e oito avaliações, e tiveram como objetivo verificar a percentagem de acerto da cor da solução resultante do ensaio com a amostra de amilose padrão, da reação com amostra das cultivares estudadas a partir da reação com a solução de iodo, comparando-as com as escalas de cores. Foram utilizadas duas escalas de cores, sendo uma com dezenove pontos, que representavam os dezenove pontos da Curva Padrão de amilose/amilopectina, distribuídos em três faixas de teores de amilose. Na Escala 02, a faixa 1 representava os valores de 0,0 a 12,5% de amilose, a faixa 2 os teores de 15,0 a 27,5%, e a faixa 3 de 30,0 a 45,05 de amilose. Uma outra escala de cor com apenas três pontos, a Escala 03, representava os pontos medianos da escala anterior.

MODELAGEM DA PROPORÇÃO OU PROBABILIDADE DE ACERTOS ATRAVÉS DE REGRESSÃO LOGÍSTICA

A análise de regressão logística é freqüentemente usada para investigar a relação entre uma variável discreta binária (assume valores 0 ou 1) e um conjunto de variáveis

explanatórias. Diversos textos discutem em detalhes regressão logística, como Collett (1991), Agresti (1990), Cox e Snell (1989), e Hosmer e Lemeshow (1989). No presente trabalho, a variável resposta Y assume dois valores: 0, no caso de insucesso (enquadramento do teor de amilose na faixa de cor errada), ou 1 no caso de sucesso (enquadramento do teor de amilose na faixa correta). O vetor (conjunto) de variáveis explanatórias foi a faixa (variáveis qualitativas, F_1 a F_3 ou F_1 a F_{19}), o teor de amilose (variável quantitativa) e as variedades ou germoplasmas (variável qualitativa, G_1 a G_7 incluindo a curva). Considerando-se x como o vetor de variáveis preditoras, a variável resposta a ser modelada é $p = \text{Pr}(Y=1|x)$, ou seja, p representa a probabilidade de acerto na determinação do teor de amilose. Nesses termos, o modelo linear logístico tem a forma

Logit (p)=g(p)= $\log[p/(1-p)] = \zeta = \hat{a}_0 + \hat{a}' x$, onde \hat{a}_0 é o parâmetro referente ao intercepto, e \hat{a} é o vetor de parâmetros referentes aos coeficientes angulares da regressão. Na forma escalar, as equações do modelo usado podem ser escritas como

$$\eta_i = \hat{a}_{0i} + \hat{a}_1 x_i + \phi_1 F_{1i} + \phi_2 F_{2i} + \dots + \phi_{18} F_{18i} + \tilde{a}_1 G_{1i} + \tilde{a}_2 G_{2i} + \dots + \tilde{a}_6 G_{6i} + \tilde{a}_7$$

para o caso da escala com dezenove pontos, ou

$$\eta_i = \hat{a}_{0i} + \hat{a}_1 x_i + \phi_1 F_{1i} + \phi_2 F_{2i} + \tilde{a}_1 G_{1i} + \tilde{a}_2 G_{2i} + \dots + \tilde{a}_6 G_{6i} + \tilde{a}_7$$

para o caso da escala com três pontos.

Nesse enfoque, a equação do modelo para a

variedade BGM-0538 e faixa 10, no caso de 10 faixas, e para a curva na faixa 2, no caso de 3 faixas, se reduzirá a

$$\eta_i = \hat{a}_{0i} + \hat{a}_1 x_i + \hat{a}_i$$

A proporção ou probabilidade de acerto é expressa como

$$p = 1/(1+e^{-\eta})$$

DESENVOLVIMENTO DA ANÁLISE SENSORIAL

Para a Escala 02 – Faixas de concentração de amilose

O resultado global da análise sensorial das soluções resultantes do desenvolvimento da técnica adaptada, usando-se como referência a Escala 02 – Faixa de concentração de amilose, demonstrou que os valores médios entre os observados e estimados tiveram maior percentual na faixa 19, equivalente a 45% de amilose, e menor percentual de acerto na faixa 12, equivalente a 27,5% de amilose. Os percentuais variaram entre 27,0 e 79,0% de acerto e para os valores estimados entre 38,0 a 74,0% de probabilidade. Esses resultados permitem concluir que os avaliadores tiveram dificuldade de avaliar os valores da cor apenas nas faixas 12 e 14 (27,5 e 32,5% de amilose respectivamente), onde se encontram os valores observados menores que os valores estimados da probabilidade de acerto (Figura 1).

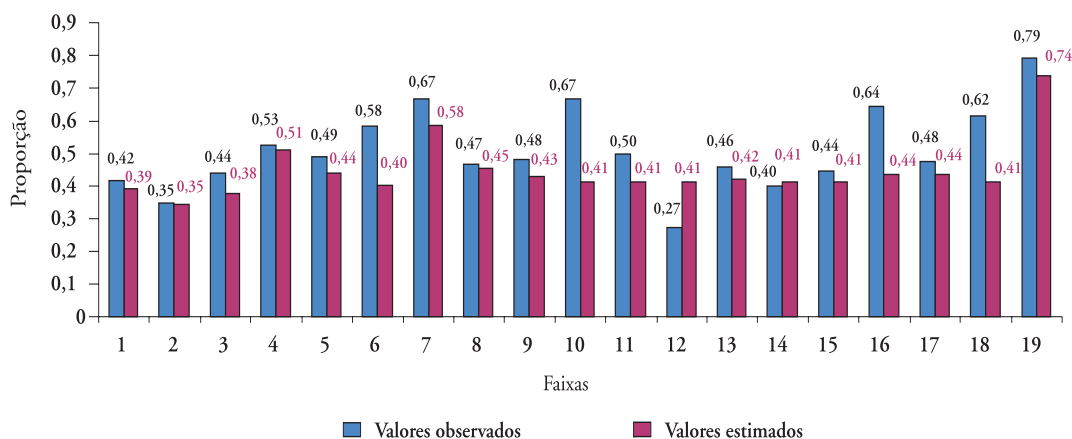


Figura 1 - Probabilidade ou proporção de acertos da faixa de cor na Escala 02 (dezenove pontos)

Esses mesmos resultados, quando analisados frente às variedades estudadas, demonstraram que, para a variedade BGM-1420 Mandioca Moça Branca, tanto o valor observado como o estimado foram os mais baixos, sendo de 24,0% para ambos. Os maiores valores foram obtidos para a variedade BGM-0576 Passarinha I, que ficam entre 64,0% para os observados e 63,0% para os valores estimados de acerto. Os valores finais variam de 24,0% a 64,0% de acertos observados e de 24,0 a 63,0% de probabilidade de acerto na faixa de cor da Escala 02 – Faixas de concentração de amilose (Figura 2)

Os resultados da análise sensorial isolada da curva padrão, resultante do desenvolvimento da técnica padrão, utilizando-se como referência a Escala 02 – Faixa de concentração de amilose, mostraram que, para os valores consi-

derados baixos, entre 0,0 e 12,5% de amilose, o percentual variou de 67,0 a 100,0% de acerto. Para a faixa de valores médios, entre 15,0 e 27,5% de amilose, os percentuais variaram entre 40,0 a 86,0% de acerto; e para a faixa de valores altos, entre 30,0 a 45,0% de amilose, os percentuais de acerto foram entre 13,0 e 66,0% de acerto. A curva padrão, quando analisada conjuntamente com as cultivares estudadas, apresentou valores de 56,0% de acerto para 52,0% de probabilidade de acerto na faixa de cor da mesma escala (Figura 3).

Para a Escala 03 - Valores medianos das faixas de concentração de amilose

O resultado global da análise sensorial das soluções resultantes do desenvolvimento da técnica adaptada, utilizando-se a Escala 03 – Valores medianos de concentração de amilose como

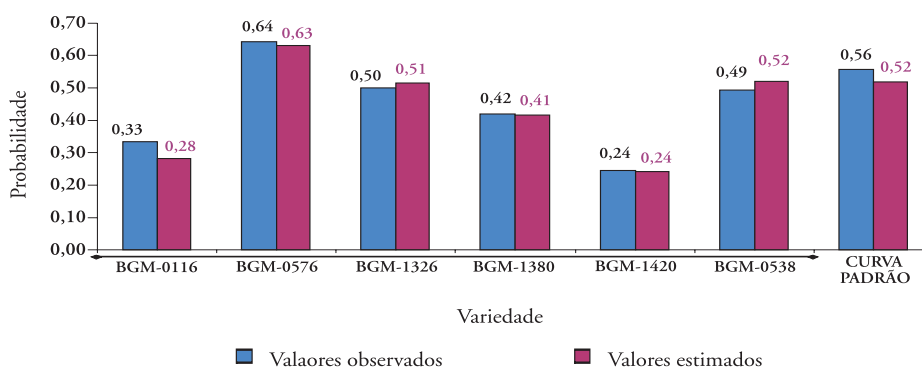


Figura 2 – Probabilidade ou proporção de acertos da faixa de cor na Escala 02 (dezenove pontos) por variedade de mandioca estudada

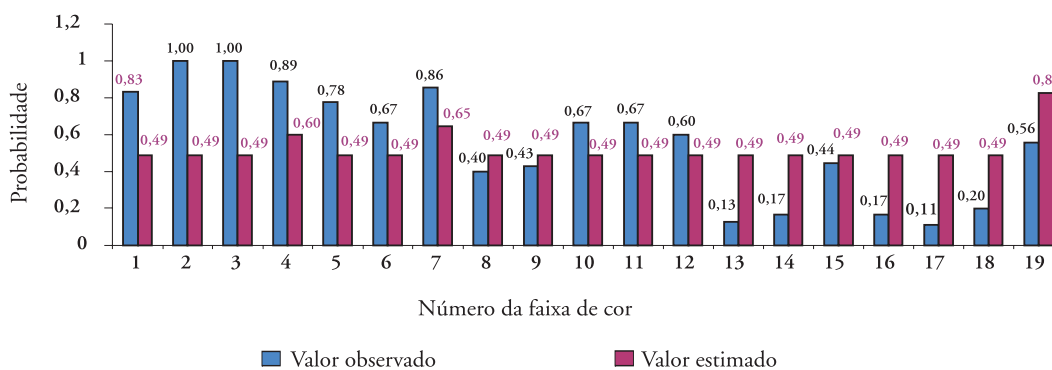


Figura 3 - Probabilidade ou proporção de acertos da faixa de cor na escala de dezenove pontos, para a curva padrão entre os percentuais observados e estimados.

referência, demonstrou que os valores médios entre os observados e estimados tiveram maior percentual na faixa 3, representando os valores de concentração entre 30,0 a 45,0% de amilose, e menor percentual de acerto na faixa 1, equivalente à concentração entre 0,0 e 12,5% de amilose. Os percentuais variaram entre 80,0 e 87,0% de acerto e, para os valores estimados, entre 79,0 e 88,0% de probabilidade (Figura 4). Por esses resultados, pode-se deduzir que os avaliadores não tiveram dificuldade de avaliar os valores da cor na faixa 1 (0,0 a 12,5% de amilose), onde se encontra o valor observado maior que o valor estimado da probabilidade de acerto. Os resultados obtidos para as faixas 2 (15,0 a 22,5% de amilose) e a faixa 3 (25,0 a 45,0% de amilose) evidenciaram uma pequena diferença entre os valores percentuais observados e estimados tanto na faixa 2 (2,0%) como na faixa 3 (1,0%), o que permite concluir que a dificuldade de acerto é insignificante estatisticamente.

Esses mesmos resultados, quando analisados frente às variedades estudadas, demonstraram que, para as variedades BGM-1420 Mandioca Moça Branca e BGM-0538 Macaxeira preta, tanto os valores observados como os estimados foram os mais baixos, sendo de 72,0% para ambos. Os maiores valores foram obtidos para a variedade BGM-0116 Cigana Preta, que ficam entre 96,0% para os observados e 89,0% para os valores estimados de acerto. Os valores

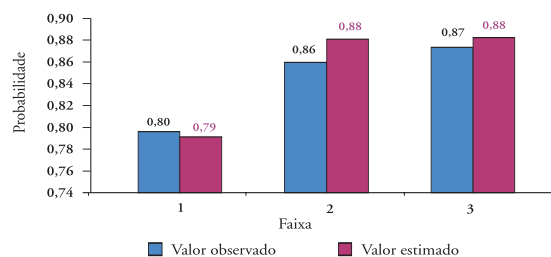


Figura 4 - Probabilidade ou proporção de acerto da faixa de cor na Escala 03 (três pontos).

finais variam de 72,0 a 94,0% de acertos observados e de 72,0 a 89,0% de probabilidade de acerto nas faixas de cores da Escala 03 – Valores medianos de concentração de amilose (Figura 5).

CONCLUSÕES

Pelos resultados estatísticos desse experimento e levando em consideração os valores percentuais de acerto obtidos na análise sensorial, conclui-se que:

1. É possível produzir um protocolo para adaptação da técnica padrão de determinação fotocolorimétrica da amilose em raízes de mandioca.
2. A Escala 03 - Valores medianos das faixas de concentração de amilose é a mais

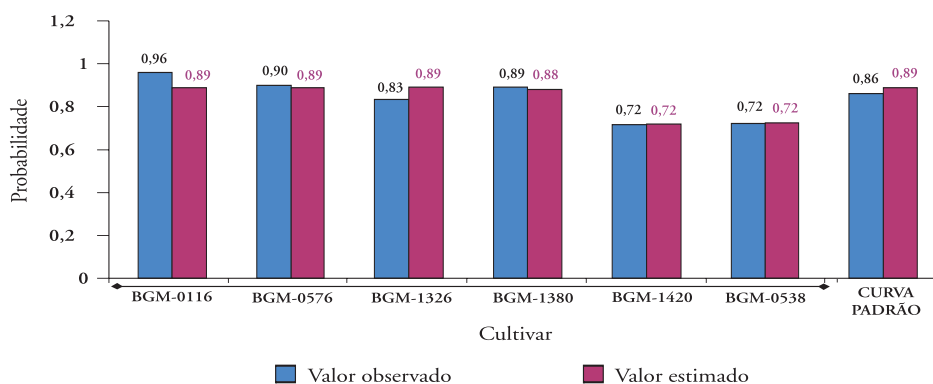


Figura 5 - Probabilidade ou proporção de acerto na faixa de cor da escala de três pontos.

indicada para ser utilizada em substituição à leitura espectrofotométrica no desenvolvimento da técnica adaptada.

3. Com o uso da Escala 03 – Valores medianos de concentração de amilose, é possível expressar qualitativamente a presença de amilose em “suco” da raiz de mandioca recém colhida.

4. A Escala 02 – Faixas de concentração de amilose ainda carece de uma melhor investigação laboratorial para que possa ser utilizada

na identificação de amilose pela técnica adaptada.

5. Para os valores obtidos pelo desenvolvimento da técnica adaptada para a concentração de amilose em cada variedade estudada, não houve diferença significativa em relação aos valores obtidos pela técnica padrão.

6. Acreditamos ser possível desenvolver um “kit” para a análise qualitativa e (ou) semi-quantitativa, em campo, do teor de amilose em caldo de raízes de mandioca.

Contribution to a technique adaptation, for field work, of amylose determination in cassava roots - Part II

Abstract

This study had as objective to standardize and adapt a method for determination of the amylose and it is based on the fundamentals of the classical colorimetry in laboratory, and later on the elaboration of scales of color that could make easier qualitative and semi-quantitative determination in the field, for selection after the crop, of cassava roots for amylose-amylopectin concentrations. The spectrometric and sensorial analyses were accomplished in six varieties of cassava from Active Bank of Germoplasm of EMBRAPA. The scale was submitted to an sensorial percent evaluation and thirty eight assessors, both for the solutions colored resultants of the development and the standard technique, with its values reduced in ten times in all of the stages of the development protocol. The statistical regression, that allowed the conclusion that proportion of successes through logical regression, that allowed the conclusion that it is possible to elaborate a protocol of adaptation of the standard technique for amylose determination in cassava roots and the use of the scale of color of the medium values of the concentration zones and it is possible to express the amylose presence qualitative and semi-quantitatively in recently-picked cassava roots.

Keywords: *Manihot esculenta. Amylose-determination. Color scale.*

REFERÊNCIAS

- AGRESTI, A. **Categorical data analysis**. New York: John Wiley & Sons, 1990.
- BRASIL. Ministério da Agricultura, do Abastecimento e da Reforma Agrária. **Fabricação de amido de mandioca**. Brasília, DF, 1995. (Série Perfis Agroindustriais).
- CABELLO, Cláudio. Hidrolisado de amido. In: CONGRESSO LATINO AMERICANO DE RAÍZES TROPICAIS, 1., 1996, São Pedro, SP. **Anais...** Botucatu: CERAT/UNESP, 1996.
- CAMARGO, Rodolfo de et al. **Tecnologia dos produtos agropecuários: alimentos**. São Paulo: Nobel, 1984.
- CEREDA, Marney P. Alternativas de uso industrial para fécula de mandioca. **R. Bras. Mand.**, Cruz das Almas, v.8, n.1, p.63-71, jun. 1989.
- CIACCO, César F.; CRUZ, Renato. **Fabricação de amido e sua utilização**. São Paulo: Secretaria da Indústria, Comércio, Ciência e Tecnologia, 1982. (Série Tecnológica Agroindustrial).
- COLLETT, D. **Modelling binary data**. London: Chapman and Hall, 1991.
- COX, D.R.; SNELL, E.J. **The analysis of binary data**. 2th.ed. London: Chapman and Hall, 1989.

- FARMACOPÉIA brasileira III. São Paulo: Organização Andrei, 1997.
- FRENCH, Dexter. Chemical and physical properties of starch. *J. Anim. Sci.*, Champaign, v.37, n.4, p.1048-1061, Oct. 1973.
- FUKUDA, Wânia M.G. **Banco de germoplasma de mandioca: manejo, conservação e caracterização.** Cruz das Almas, BA: EMBRAPA-CNPMP, 1996.
- FUKUDA, Wânia M.G.; SILVA, Sebastião Oliveira e; PORTO, Marcio C. M. **Caracterização e avaliação de germoplasma de mandioca (Manihot esculenta Crantz).** Cruz das Almas, BA: EMBRAPA-CNPMP, 1997.
- HASSID, W.Z.; MCCREADY, R.M. The molecular constitution of amilose and amilopectin of potato starch. *J. Am. Chem. Soc.*, Easton, v.65, p.1157-1161, 1943.
- HORIE, R.M. **Preparação e fechamento de arquivos para birôs: Windows e Macintosh.** São Paulo: Érica, 1999.
- HOSMER JR, D.W.; LEMESHOW, S. **Applied logistic regression.** New York: John Wiley & Sons, 1989.
- INSTITUTO ADOLFO LUTZ (São Paulo). **Normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz.** 3.ed. São Paulo, 1985. v.1
- INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **Riz: détermination de la teneur en amylose: ISO 6647.** Geneva, 1987.
- LIMA, U.A.de. Industrialização da mandioca. In: MANDIOCA: produção, pré-processamento e transformação agroindustrial. São Paulo: Secretaria da Indústria, Comércio, Ciência e Tecnologia, 1980. (Série Extensão Agroindustrial).
- MATSUURA, Fernando C.A.U. Mandioca como matéria-prima industrial. In.: EMBRAPA. Centro Nacional de Pesquisa de Mandioca e Fruticultura Tropical. **Tecnologia para o processamento agroindustrial da mandioca.** Cruz das Almas, BA, 1997. p.31-55.
- MATSUURA, Fernando C.A.U.; FUKUDA, W.M.G.; SANTOS, E.S.P. Determinação do teor de amilose em genótipos promissores de mandioca (*Manihot esculenta* C.) em processo de seleção pela Embrapa Mandioca e Fruticultura. In.: CONGRESSO BRASILEIRO DE MANDIOCA, 10., 1999, Manaus. **Anais...** Cruz das Almas, BA: EMBRAPA-CNPMP, 1999. p.73.
- MOTAWIA, Mohammed S. et al. Synthesis of 4'-*Ī*-acetyl-maltose and *á*-D-galactopyranosyl-(1?4)-D-glucopyranose for biochemical studies of amylose biosynthesis. **Carbohydr. Res.**, Copenhagen, v.330, p.309-318, 2001.
- OHLWEILER, Otto A. **Química analítica quantitativa.** 2.ed. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos, 1976. v.1.
- PAPADAKIS, S. E. et al. A versatile and inexpensive technique for measuring color of foods. **Food Technology**, Chicago, v.54, n.12, p.48-51, Dec. 2000.
- RIBEIRO, Dário Eloy. **Avaliação sensorial de frutos de cultivares e híbridos de bananeiras (Musa ssp).** 1998. Dissertação (Mestrado em Agronomia)- Escola de Agronomia, Universidade Federal da Bahia, Cruz das Almas, 1998.
- ROCHA, Nilmar V.P. da. **Determinação das frações do amido.** 1960. Tese (Livre Docência)- Faculdade de Farmácia, Universidade da Bahia, Salvador, 1960.
- SILVEIRA, Silene B.; CEREDA, Marney P. A fécula da mandioca (povillo doce): padrões e qualidade para mercado interno e exportação. **R. Bras.Mand.**, Cruz das Almas, v.6, n.1, p.7-15, jun. 1987.
- SOUTHWOURT, M.; SOUTHWOURT, D. **Separação de cores em desktop: como obter boas reproduções em cores.** São Paulo: Repro, 1996.
- SUORTTI, T.; GORENSTEIN, M.V.; ROGER, P. Determination of the molecular mass of amylose. **J. Chromatogr.**, Amsterdam, v.828, p.515-521, 1998.
- TAKAHASHI, K.; ONO, S. Colorimetric study of amylose-iodine complex formation. **J. Biochem.**, Tokyo, v.72, n.4, p.1041-1043, Oct. 1972.
- TAKEDA, Yasuhito; HIZUKURI, Susumu; JULIANO, Bievenido O. Purification and structure of amylose from rice starch.

Carbohydr. Res., Amsterdam, v.148, n.2, p.299 – 308, May 1986.

UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ. Departamento de Química. Curso de Química

Analítica Quantitativa. **Detecção do ponto final.** Disponível em: <http://www.ufpa.br/quimicaanalitica/detectapfinaliodo.html> Acesso em: 13 jul. 1999.

Recebido em / Received: 16/06/2004

Aceito em / Accepted: 22/10/2004