

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE MARINGÁ  
CENTRO DE TECNOLOGIA  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA QUÍMICA  
PROGRAMA DE MESTRADO EM ENGENHARIA QUÍMICA

**PRODUÇÃO DE MALTODEXTRINA COM BAIXO TEOR DE GLICOSE**

Douglas José da Silva  
Eng<sup>o</sup> Químico, FENVA, 1995  
Orientadora: Prof<sup>a</sup> Gisella Maria Zanin, Dr. Eng.

Dissertação de Mestrado  
submetida à Universidade  
Estadual de Maringá, como parte  
dos requisitos necessários à  
obtenção do Grau de Mestre em  
Engenharia Química, área de  
Desenvolvimento de Processos.

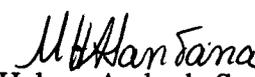
Maringá – PR – Brasil  
Dezembro de 1998

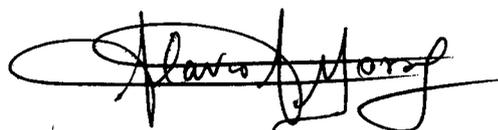
UNIVERSIDADE ESTADUAL DE MARINGÁ  
CENTRO DE TECNOLOGIA  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA QUÍMICA  
PROGRAMA DE MESTRADO EM ENGENHARIA QUÍMICA

Esta é a versão final da dissertação de Mestrado apresentada por Douglas José da Silva perante a Comissão Julgadora do Curso de Mestrado em Engenharia Química em 16 de dezembro de 1998.

COMISSÃO JULGADORA

  
Prof.<sup>a</sup> Gisella Maria Zanin, Dr. Eng.  
Orientadora

  
Prof.<sup>a</sup> Maria Helena Andrade Santana, Dr. Eng.  
Membro

  
Prof. Flávio Faria de Moraes, Ph.D.  
Membro

SILVA, DOUGLAS JOSÉ DA

Produção de Maltodextrina com Baixo Teor  
de Glicose [Paraná] 1998

xvi, 77 p. 29,7 cm (PEQ/UEM, M.Sc.,  
Engenharia Química, 1998)

Dissertação – Universidade Estadual de  
Maringá-PEQ

1. Maltodextrina
2. Fécula mandioca
3. Amido
4. Glicose
5. Purificação de maltodextrinas

I. PEQ/UEM II. Título ( série )

Esta tese é dedicada:

Aos meus pais, Messias e Dos Anjos, que trabalharam muito para que eu pudesse chegar até aqui.

Às famílias Carvalho, de Mauro Carvalho e Guerra , de Ronaldo Oliveira Guerra, que me “adotaram “ e me apoiaram durante todo este tempo.

**A vocês, a minha eterna gratidão.**

## AGRADECIMENTOS

- A CAPES pela bolsa e apoio financeiro.
- Ao PADCT/CAPES pelo apoio financeiro.
- Ao DFF/UEM pelo auxílio na secagem do material produzido.
- À Prof<sup>a</sup> Gisella Maria Zanin, pela segurança passada durante a orientação deste trabalho.
- Ao Prof. Flávio Faria de Moraes, pelas orientações.
- Ao meu amigo, Engenheiro Lauro Mitsuaki Kambara, pelo apoio técnico.
- A todos os colegas de mestrado.
- Aos funcionários do DEQ.

## **PRODUÇÃO DE MALTODEXTRINA COM BAIXO TEOR DE GLICOSE**

**AUTOR: DOUGLAS JOSÉ DA SILVA**

**ORIENTADOR: Prof<sup>ª</sup> Gisella Maria Zanin, Dr. Eng.**

Dissertação de Mestrado; Programa de Pós-graduação em Engenharia Química; Universidade Estadual de Maringá; Av. Colombo, 5790, BL E46 – 09; CEP: 87020-900 – Maringá – PR, Brasil, defendida em 16 de dezembro de 1998. 75 p.

### **RESUMO**

Maltodextrinas são misturas de maltooligossacarídeos com dextrose equivalente (D.E.) inferior a 20, sendo produzidas a partir da hidrólise do amido. Geralmente são encontradas como um pó branco, não-doce e apresentando a fórmula geral  $H(C_6H_{10}O_5)_n-OH$ . São largamente utilizadas nas indústrias alimentícias e farmacêuticas. O principal objetivo deste trabalho foi estudar a produção e a purificação da maltodextrina pela remoção seletiva da glicose e maltose, por meio de lixiviação da maltodextrina com etanol a 90%. O estudo comparou o comportamento da maltodextrina comercial com aquelas produzidas pela hidrólise do amido de mandioca com  $\alpha$ -amilase, em processos de lixiviação conduzidos em batelada e em colunas de leito fixo e fluidizado. Na produção da maltodextrina por hidrólise do amido de mandioca, foi usada a enzima TERMAMYL 120L da Novo Nordisk. Esta hidrólise foi realizada em diferentes tempos de modo a se ter uma correlação de D.E. produzida em função do tempo de hidrólise. Os açúcares redutores presentes na solução hidrolisada foram determinados pelo método de Somogyi-Nelson e a D.E. foi calculada a partir desses resultados. As soluções de maltodextrina produzidas com baixo valor de D.E. (13-14) foram submetidas à secagem em secador do tipo spray, o produto foi obtido na forma de pó branco fino com diâmetro médio de partícula de  $2,5\mu$  e umidade de 2,56%. O rendimento da extração da glicose presente nesta maltodextrina, em processo batelada, com etanol a 90% (v/v), foi igual a 85,59%, enquanto o rendimento da comercial, FLUKA – Dextrin 10 obtida a partir de milho, foi igual a 77,67. A extração da glicose da maltodextrina FLUKA, em coluna de leito fixo apresentou um rendimento igual a 57,73% e em leito fluidizado igual a 7,2%.

## ABSTRACT

**AUTHOR: DOUGLAS JOSÉ DA SILVA**

**SUPERVISOR: Prof<sup>a</sup> Gisella Maria Zanin, Dr. Eng.**

Master Thesis; Chemical Engineering Graduate Program; State University of Maringá;  
Av. Colombo, 5790, Bl E46 – 09; CEP 87020-900 – Maringá – PR, Brasil, presented on  
December 16<sup>th</sup> 1998. 75 p.

### **Production of Maltodextrins with Low Glucose Contents**

Maltodextrins are mixtures of maltooligosaccharides having a dextrose equivalent (D.E.) lower than 20, which are produced by the hydrolysis of starch. They are usually available as a white solid powder, which is not sweet and has the general formula  $H(C_6H_{10}O_5)_n.OH$ . They are largely used in the food and pharmaceutical industries. The main objective of this work was to study the production and purification of maltodextrins by selective removal of glucose and maltose. This is achieved by leaching the maltodextrin powder with ethanol 90%. The study has compared the behavior of commercially available maltodextrins, with the ones locally produced by hydrolysis of cassava starch with  $\alpha$ -amylase. Experiments were also performed to compare removal yields of batch and column extractions, the later in fixed and fluidized beds. The appeal of purified product is the potential application in the area of dietetic foods with restricted glucose intake. A cassava suspension, was hydrolyzed by the enzyme TERMAMYL 120L from NOVO NORDISK. This hydrolysis was run at different extents of time to generate a correlation D.E. produced as a function of the hydrolysis reaction time. Reducing sugars present in the hydrolysis solutions were measured by the method of Somogyi-Nelson and the D.E. was calculated from these results. Maltodextrins solutions produced with low D.E. (13-14) were spray-dried giving a fine white powder with mean particle size of  $2.5 \mu$  and a humidity of 2.56%. This maltodextrin extracted batchwise with ethanol 90% gave a glucose extraction yield of 85.59%, whereas commercially available, FLUKA-Dextrin 10 from maize starch, gave an extraction yield of 77.67%. Column extraction of FLUKA maltodextrin as a fixed-bed gave an extraction yield of 57.73% and as fluidized-bed it gave 7.2%.

## ÍNDICE DO TEXTO

<b>1- INTRODUÇÃO</b>	1
<b>2-REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b>	2
2.1-AMIDO	2
2.2-ENZIMAS	8
2.2.1-Enzima alfa-amilase	10
2.3-MALTODEXTRINAS	14
2.3.1-Definição e Histórico	14
2.3.2-Dextrose Equivalente (D.E.)	14
2.3.3-Produção de maltodextrinas	16
2.3.4-Composição e propriedades das maltodextrinas	19
2.3.5-Perfil dos carboidratos	22
2.3.6-Características de maltodextrinas com diferentes graus de hidrólise	23
2.3.7-Aplicações de maltodextrinas	25
2.3.7.1-Aplicações de maltodextrinas na indústria de alimentos	25
2.3.7.2-Aplicações de maltodextrinas na indústria farmacêutica	25
2.3.7.3-Aplicações de maltodextrinas na alimentação animal	27
2.3.7.4-Aplicações diversas	27
2.4-REMOÇÃO DE GLICOSE COM ETANOL	28
<b>3-MATERIAIS E MÉTODOS</b>	29
3.1-MATERIAIS	29

3.1.1-Substrato	29
3.1.2-Enzima	29
3.1.3-Maltodextrina padrão (FLUKA)	29
3.1.4-Etanol	30
3.1.5-Reagentes analíticos	30
3.1.6-Sistema experimental	30
3.1.7-Equipamentos	35
3.2-MÉTODOS	36
3.2.1-Determinação de glicose	36
3.2.1.1-Princípio do método	36
3.2.1.2-Preparação da curva padrão e análise das amostras	37
3.2.2-Determinação de açúcares redutores (A.R.)	37
3.2.2.1-Princípio do método	37
3.2.2.2-Preparação da curva padrão e análise das amostras	38
3.2.3-Determinação da umidade	38
3.2.4-Preparação da solução de maltodextrina e determinação da dextrose equivalente (D.E.)	39
3.2.5-Secagem da solução de maltodextrina	40
3.2.5.1-Princípio do método	40
3.2.5.2-Secagem em secador tipo spray	41
3.2.6-Determinação do diâmetro médio das partículas da maltodextrina	42

3.2.7-Remoção de glicose da maltodextrina	42
3.2.7.1-Remoção de glicose da maltodextrina em coluna	42
3.2.7.2-Remoção de glicose de maltodextrina em batelada	42
<b>4-RESULTADOS E DISCUSSÃO</b>	44
4.1-CURVA PADRÃO DE GLICOSE	44
4.1.1-Método GOD PAP	44
4.1.2-Método de SOMOGYI-NELSON	45
4.2-PREPARAÇÃO DAS SOLUÇÕES DE MALTODEXTRINAS COM DIFERENTES GRAUS DE HIDRÓLISE	47
4.2.1-Resultados experimentais	47
4.2.2-Discussão dos resultados	48
4.3-DEXTROSE EQUIVALENTE DAS SOLUÇÕES DE MALTODEXTRINA	49
4.4-DIÂMETRO MÉDIO DE PARTÍCULAS	49
4.5-UMIDADE DA MALTODEXTRINA	49
4.6-REMOÇÃO DE GLICOSE EM COLUNA	53
4.6.1-Resultados experimentais	53
4.6.2-Discussão dos resultados	53
4.7-REMOÇÃO DE GLICOSE EM BATELADA	61
4.7.1-Maltodextrina experimental	61
4.7.1.1-Resultados experimentais	61
4.7.1.2-Discussão dos resultados	61

4.7.2-Maltodextrina FLUKA	65
<b>5-CONCLUSÕES</b>	66
<b>6-RECOMENDAÇÕES E SUGESTÕES</b>	67
<b>7-REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b>	68
<b>8-ANEXOS</b>	71
8.1 – Curva Padrão – (método GOD PAP)	71

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1 - Representação esquemática da molécula de amido	2
Figura 2.2 - Representação da molécula de amilose	3
Figura 2.3 - Representação esquemática da molécula de amilose	3
Figura 2.4 - Representação da molécula de amilopectina (BOBBIO & BOBBIO, 1992 <sup>a</sup> )	4
Figura 2.5 - Representação esquemática da amilopectina (BOBBIO & BOBBIO, 1992 <sup>a</sup> )	4
Figura 2.6 - Estrutura da alfa amilase	12
Figura 2.7 - Classificação dos hidrolisados de amido	15
Figura 2.8 - Variação das propriedades funcionais da maltodextrina em relação à D.E. (MALTRIN, 1996)	21
Figura 3.1 - Módulo experimental para a produção de solução de maltodextrina (bancada)	31
Figura 3.2 - Sistema para a hidrólise da fécula	32
Figura 3.3 - Spray dryer – BUCHI, modelo B – 191	33
Figura 3.4 - Módulo experimental de remoção de glicose em coluna	34
Figura 3.5 - Módulo experimental para a remoção da glicose em batelada	35
Figura 4.1 - Curva padrão de glicose obtida pelo método enzimático colorimétrico GOD PAP	45
Figura 4.2 - Curva padrão de glicose obtida pelo método SOMOGYI-NELSON	46
Figura 4.3 - Concentração de dextrose equivalente (D.E.) em função do tempo de hidrólise	48
Figura 4.4 - Partículas de maltodextrina FLUKA	51
Figura 4.5 - Partículas de maltodextrina SIGMA	51
Figura 4.6 - Partículas de maltodextrina experimental	52
Figura 4.7 - Remoção de glicose da maltodextrina FLUKA com solução de etanol 90% (v/v) 1 mL/min, em coluna de leito fixo	56
Figura 4.8 - Remoção de glicose da maltodextrina SIGMA com solução de etanol 90% (v/v) 1 mL/min em coluna de leito fixo	58
Figura 4.9 - Remoção de glicose da maltodextrina FLUKA com solução de etanol 90% (v/v), 1 mL/min em coluna de leito fluidizado	60

- Figura 8.1 - Curva padrão de glicose em solução de etanol 90% (v/v), obtida pelo método enzimático colorimétrico GOD PAP 72
- Figura 8.2 - Curva padrão de glicose e maltose, obtida pelo método enzimático colorimétrico GOD PAP 74

## ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 2.1 -	Relação entre o Grau de Polimerização (GP) do amido e a coloração com o iodo (Bruchmann, 1980, citado por REGULY, 1996)	5
Tabela 2.2 -	Composição de alguns tipos de amidos naturais	6
Tabela 2.3 -	Intervalos de temperatura de gelatinização de alguns tipos de amidos	7
Tabela 2.4 -	Comparação das enzimas com os catalisadores inorgânicos (ZANIN, 1989)	10
Tabela 2.5 -	Condições ótimas de pH e temperatura para a atuação da enzima $\alpha$ -amilase	13
Tabela 2.6 -	Distribuição de acordo com o peso molecular de sacarídeos de malodextrinas preparadas por hidrólise catalisada por ácido ou enzima (LLOYD & NELSON, 1984)	19
Tabela 2.7 -	Solubilidade de maltodextrinas	20
Tabela 2.8 -	Viscosidade de soluções de maltodextrinas (LLOYD & NELSON, 1984)	20
Tabela 2.9 -	Conteúdo médio de carboidratos % de base seca (MALTRIN, 1996)	23
Tabela 4.1 -	Absorvâncias (Abs) referentes a concentrações conhecidas de glicose (Cg), determinadas pelo método enzimático colorimétrico GOD PAP	44
Tabela 4.2 -	Absorvâncias (Abs) referentes a concentrações conhecidas de glicose (Cg), determinadas pelo método de SOMOGYI-NELSON	46
Tabela 4.3 -	Dextrose Equivalente (D.E.) em função dos tempos de hidrólise (min)	47
Tabela 4.4 -	Dextrose Equivalente (D.E.) e teor de glicose das amostras de maltodextrina	49

Tabela 4.5 -	Diâmetro médio das partículas de maltodextrina	50
Tabela 4.6 -	Umidade das amostras de maltodextrina	52
Tabela 4.7 -	Concentração de glicose removida em função do tempo para a maltodextrina FLUKA com solução de etanol 90% (v/v), 1mL/min (coluna em leito fixo)	55
Tabela 4.8 -	Concentração de glicose removida em função do tempo para a maltodextrina SIGMA com solução de etanol 90% (v/v), 1 mL/min (coluna em leito fixo)	57
Tabela 4.9 -	Concentração de glicose removida em função do tempo para a maltodextrina FLUKA com solução de etanol 90% (v/v), 1 mL/min, (Coluna em leito fluidizado)	59
Tabela 4.10 -	Remoção de glicose em batelada ( maltodextrina experimental ensaio A)	62
Tabela 4.11 -	Remoção de glicose em batelada (maltodextrina experimental ensaio B)	63
Tabela 4.12 -	Glicose removida nos vários ensaios realizados	64
Tabela 4.13 -	Remoção de glicose em batelada (maltodextrina FLUKA)	65
Tabela 8.1 -	Absorvâncias (Abs) referentes a concentração conhecidas de glicose (Cg) em solução de etanol a 90% (v/v), determinados pelo método enzimático colorimétrico GOD PAP	72
Tabela 8.2 -	Absorvâncias (Abs) referentes a concentrações conhecidas de glicose e maltose (Cgm), determinados pelo método enzimático colorimétrico GOD PAP	73
Tabela 8.3 -	Absorvâncias (Abs) referentes a concentrações conhecidas de maltose (Cm), determinados pelo método enzimático colorimétrico GOD PAP	75

# 1 – INTRODUÇÃO

A região noroeste do Paraná é uma grande produtora de amido de mandioca. A elaboração de novos produtos é uma alternativa necessária para que as fecularias ampliem o seu mercado. Produtos de qualidade e maior valor agregado, proporcionam novas alternativas, para que produtores aumentem a sua receita. A aplicação da biotecnologia é uma realidade que se faz necessária às empresas do ramo que almejam um real crescimento em um mercado de consumidores cada vez mais exigentes e preocupados com a qualidade.

As maltodextrinas são produtos da conversão do amido que possuem uma pequena quantidade de dextrose e maltose. A maltodextrina é um sólido não doce, constituído de uma mistura de sacarídeos nutritivos formados de polímeros que contêm um número relativamente pequeno de unidades de D-glicose, chamados de maltooligossacarídeos. São preparadas pela hidrólise parcial e controlada do amido por ácidos ou enzimas, e podem ser modificadas fisicamente para melhorar suas características funcionais e físicas, como por exemplo, quando utilizadas para substituir o açúcar, sendo neste caso misturadas com adoçantes artificiais. As fontes de amido podem ser o trigo, o arroz, a batata e a mandioca, que são utilizados em função de sua disponibilidade. A maltodextrina tem como fórmula geral:  $H(C_6H_{10}O_5)_n-OH$

A dextrose equivalente (D.E.) das maltodextrinas é menor que 20, enquanto produtos da conversão do amido com valores de D.E. acima de 20 são chamados de xarope de glicose. Derivados da conversão do amido com apenas alguns traços de dextrose são conhecidos como dextrinas.

Portanto, produtos da hidrólise ácida ou enzimática do amido, com valores de D.E. abaixo de 20, e contendo pequena quantidade de dextrose são conhecidos como maltodextrinas. Estudos revelam que a maltodextrina contém menos que 2,4% em peso de dextrose, e a quantidade de maltose é menor que 9,0% em peso (MOLAN & ÇELIK, 1996).

As maltodextrinas produzidas a partir da hidrólise ácida apresentam uma acentuada tendência à retrogradação e escurecimento, enquanto aquelas obtidas por meio da hidrólise enzimática são mais solúveis e com menor conteúdo de sacarídeos com alto peso molecular.

O valor da D.E. é diretamente proporcional ao grau de hidrólise das maltodextrinas, sendo suas características e aplicações definidas pela D.E.

As maltodextrinas são muito utilizadas na indústria de alimentos como condicionadoras de umidade para pães, carnes e massas; espessante; inibidor de cristalização; estabilizante; carreador de adoçantes sintéticos; realçador de sabor; agente de volume e dispersante em cremes sintéticos; entre outras.

Na indústria farmacêutica encontram aplicação como agentes de volume em cremes e loções; como aglutinantes; carreadores ou diluentes em formulações em tabletes ou comprimidos; como medicamentos de uso parenteral; como carreadores de fragâncias ou princípios ativos em sabonetes e detergentes; como agentes umectantes em pastilhas para garganta, entre outras.

A aplicação das maltodextrinas nos produtos direcionados ao segmento de dietéticos é possível. Desde que a glicose e a maltose obtida durante o processo de hidrólise sejam removidas. De acordo com os poucos trabalhos encontrados na literatura, essa remoção é possível pelo emprego de solução de etanol a 90%.

Nesse trabalho objetivou-se produzir maltodextrinas isentas de glicose. A maltodextrina foi produzida a partir da hidrólise enzimática da fécula de mandioca, sendo em seguida submetida à secagem em secador tipo spray. A glicose presente na maltodextrina produzida foi removida por meio da lixiviação com solução de etanol a 90%, empregando-se processo em batelada. Para efeito de comparação dos resultados empregou-se uma maltodextrina obtida a partir da hidrólise ácida e enzimática do amido de milho. Nesse caso a remoção foi realizada em batelada e coluna de leito fixo e fluidizado.

## 2 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 - AMIDO

O amido constitui a mais importante reserva de nutrição de todas as plantas superiores ocorrendo principalmente em sementes, tubérculos, rizomas e bulbos. Ocorre também em algas e, pelo fato de ser facilmente hidrolisado e digerido, é um dos elementos mais importantes da alimentação humana (BOBBIO & BOBBIO, 1992a).

A legislação brasileira, e a francesa diferenciam amido de fécula. Ambos são polissacarídeos compostos de moléculas de glicose unidos por ligações  $\alpha$ -1,4 ou  $\alpha$ -1,6. O amido é encontrado nos órgãos aéreos de vegetais (frutos, sementes, caules) enquanto a fécula é encontrada em órgãos subterrâneos, como as raízes, tubérculos e bulbos (CEREDA, 1996).

As principais fontes comerciais de amido são os grãos de cereais (milho, trigo, sorgo e arroz), tubérculos (batata), raízes (mandioca, batata doce e araruta) e o sagu.

Depois da celulose, o amido é a principal substância glicosídica sintetizada pelos vegetais, por ação da energia solar. Quimicamente é um carboidrato formado por átomos de carbono, hidrogênio e oxigênio na razão 6:10:5 ( $C_6H_{10}O_5$ ), podendo ser considerado como um polímero de condensação da glicose, constituído de unidades de anidroglicose ligadas entre si pelo oxigênio do carbono  $C_1$  de uma, ao carbono  $C_4$  da outra (Figura 2.1), chamadas ligações glicosídicas, que são estáveis em condições alcalinas e hidrolisáveis em meios ácidos (LIMA, 1996).

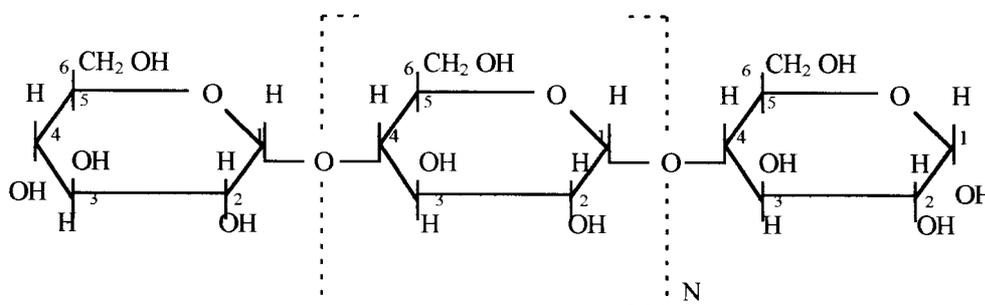


Figura 2.1 - Representação esquemática da molécula de amido

O amido, também designado por  $\alpha$ -1,4 glicano (ou glucano), é composto quimicamente por duas moléculas enroladas em espiral, mas separáveis, de glicanos, estruturalmente diversas: amilose e amilopectina, as quais são formadas por um mecanismo de biossíntese ainda não inteiramente conhecido, e cujas proporções variam de acordo com a matéria-prima natural que as contém.

A amilose é um polissacarídeo linear, formado por unidades de D-glicopiranoses unidas entre si por ligações glicosídicas  $\alpha$ (1,4), em número que variam de 200 a 10 000 (Figura 2.2).

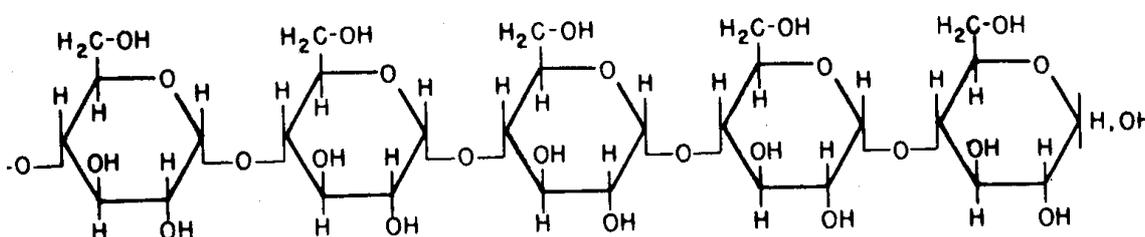


Figura 2.2 - Representação da molécula de amilose

Podendo ser representada esquematicamente como mostrado na Figura 2.3.

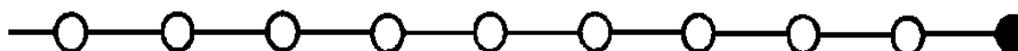


Figura 2.3 - Representação esquemática da molécula de amilose

A amilopectina constitui a fração altamente ramificada do amido. É formada por várias cadeias, contendo de 20 a 25 unidades de  $\alpha$ -D-glicopiranosose unidas em (1,4); essas cadeias, por sua vez, estão unidas entre si por ligações  $\alpha$ -(1,6), constituindo essas ligações de 4 a 5% do total das ligações glicosídicas (Figura 2.4).

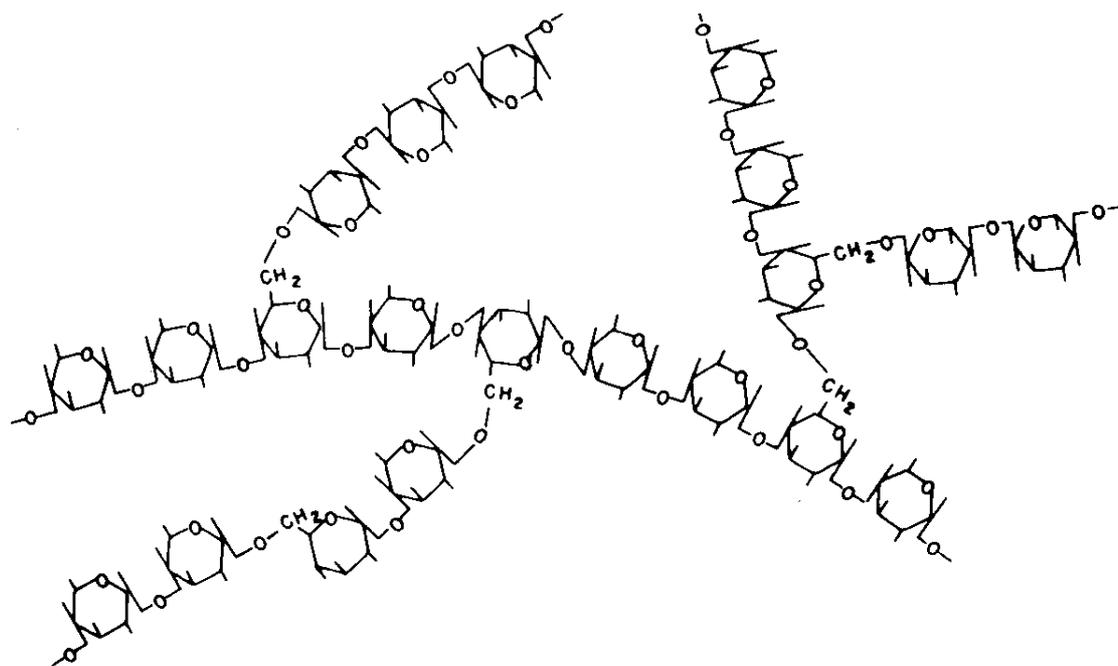


Figura 2.4 - Representação da molécula de amilopectina (BOBBIO & BOBBIO, 1992a)

Esta estrutura, embora não perfeitamente estabelecida, confere à amilopectina uma forma esférica, que pode ser representada esquematicamente da forma mostrada na Figura 2.5.

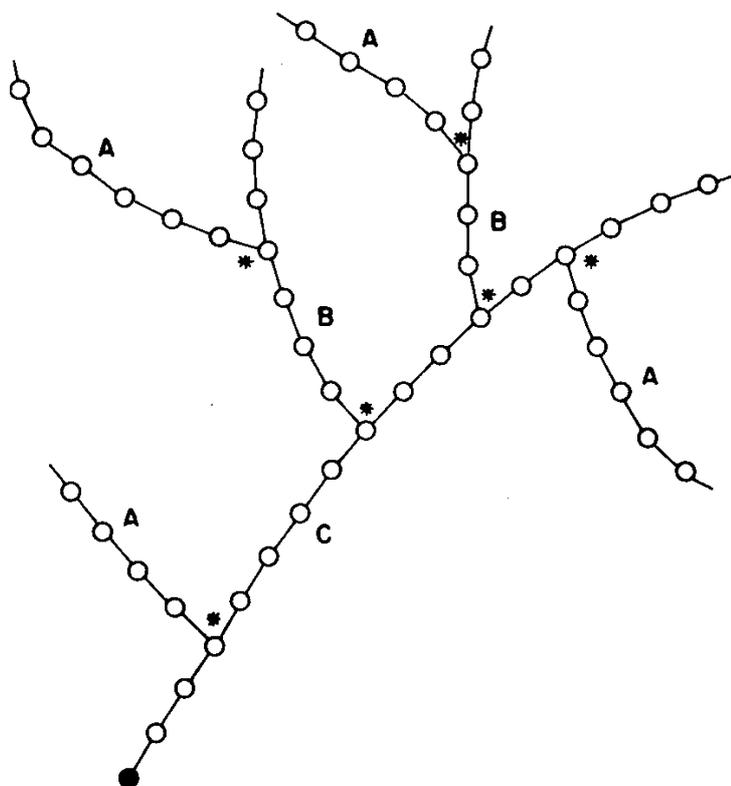


Figura 2.5 - Representação esquemática da amilopectina (BOBBIO & BOBBIO, 1992a)

Na Figura 2.5, A é a cadeia ligada ao resto da molécula pelo grupo redutor, B tem o carbono na posição seis de uma ou mais unidades de glicose comprometido com o grupo redutor de outras cadeias, e C é a cadeia que contém o grupo final redutor, livre (BOBBIO & BOBBIO, 1992a).

Na amilopectina a proporção numérica de ligações 1,6 e 1,4 é de aproximadamente 1:20. Isto é, em cada 21 ligações glicosídicas ter-se-á uma ligação 1,6. O tamanho das cadeias laterais de amilopectina é variável mas normalmente a amilopectina possui alto peso molecular.

As cadeias de amilose e amilopectina estão dispostas em espiral (hélice), de tal modo que cada volta ou passo contém de cinco a sete unidades de glicose, sendo a espiral responsável pela coloração que o amido é capaz de dar com o iodo, com o qual forma um composto de inclusão ou complexo amilose-iodo. Esse complexo é uma associação de uma molécula de iodo a átomos de hidrogênio dos anéis piranosídicos enrolados em espiral. A intensidade da cor depende do comprimento da cadeia, o que pode ser expresso pelo grau de polimerização (GP), que é o número de unidades de anidro glicose ( $C_6H_{10}O_5$ ). A citada associação é que absorve a luz diferentemente do amido original, donde a coloração específica (REGULY, 1996).

Segundo Bruchmann (1980), referenciado por REGULY (1996), a coloração com iodo é proporcional ao grau de polimerização do amido, como pode se observar na Tabela 2.1.

Tabela 2.1 - Relação entre o Grau de Polimerização (GP) do amido e a coloração por reação com o iodo (Bruchmann, 1980 citado por REGULY, 1996)

GP	Cor
45	Azul
35-40	Púrpura
20-30	Vermelho
12-15	Pardo
12	Incolor

A amilose produz uma coloração azul com o iodo, enquanto com a amilopectina livre de amido obtém-se uma coloração vermelho-pardo, o que indica um GP de 15 a 25 (REGULY, 1996).

As proporções de amilose e amilopectina variam entre os amidos procedentes de diferentes espécies vegetais, e mesmo entre amidos provenientes da mesma espécie as proporções de amilose e de amilopectina variam de acordo com o grau de maturação das plantas (BOBBIO & BOBBIO, 1992a).

A Tabela 2.2 apresenta a composição de vários amidos naturais (Joslyn & Reid, 1968; Greenwood, 1956 citados por REGULY, 1996)

Tabela 2.2 - Composição de alguns tipos de amidos naturais

Produto natural	% de amilose (a)	% de amilopectina (b)	(a) : (b)
Amido de milho	24 - 27	70	1 : 2,8
Amido de arroz	15 – 18,5	79	1 : 4,6
Amido de trigo	20 – 25	80	1 : 3,4
Amido de mandioca	16,7 – 20	80	1 : 4,4
Amido de batata- inglesa	22 - 25	75	1 : 3,1

Em uma comparação entre as moléculas de amilose e amilopectina totalmente hidratadas, e com o mesmo peso molecular, verifica-se que, ao se moverem, as duas moléculas cobrem áreas cuja superfície é muitas vezes maior para a amilose. Com isso, a viscosidade da solução de amilose é muito maior do que a da amilopectina. Por outro lado, a aproximação de duas ou mais moléculas de amilose é suficientemente livre para permitir a formação de agregados onde as pontes de H entre as moléculas são numerosas, formando regiões micelares onde há estrutura cristalina. Na amilopectina a aproximação só poderá ser parcial e pelas extremidades das cadeias e só aí poderá haver formação de zonas cristalinas (BOBBIO & BOBBIO, 1992b).

Quando grãos de amido são suspensos em água e a temperatura é aumentada gradualmente, nada acontece até se atingir uma determinada temperatura, mais exatamente um intervalo de temperatura, que é chamada temperatura de gelatinização. Nesta temperatura, específica para amidos de diferentes origens, as ligações de hidrogênio mais fracas entre as cadeias de amilose e de amilopectina são rompidas e os grãos de amido nessas regiões começam a intumescer e formar soluções consideravelmente viscosas. O intumescimento dos grãos e, portanto, o aumento de viscosidade das soluções está relacionado com a quantidade de água presente. A 120°C todos os grãos estarão dissolvidos. A Tabela 2.3 indica as temperaturas de gelatinização de alguns tipos de amido (BOBBIO & BOBBIO, 1992a).

Tabela 2.3 - Intervalos de temperatura de gelatinização de alguns tipos amidos

Amido	Intervalo de Temperatura de Gelatinização (°C)
Batata	56 – 66
Mandioca	58 – 70
Milho	62 – 72
Sorgo	68 – 75
Trigo	52 – 63
Arroz	61 – 77
Milho ceroso	63 – 72

O amido se apresenta nos vegetais sob a forma de grânulos intracelulares, constituindo depósitos de reserva de carboidrato, formado na assimilação fotossintética. Esses grânulos são, na verdade, plastídios. Porém incolores, por isso chamados leucoplastos, orgânulos semelhantes aos cromoplastos que acumulam clorofila ou pigmentos carotenóides. São característicos para as distintas espécies vegetais, servindo mesmo de elemento de identificação quanto à sua forma, estrutura e tamanho. Permanecem intactos durante a maioria dos processos de obtenção do amido, mas devem ser rompidos

quando deve haver hidrólise, principalmente a hidrólise enzimática, sem o que não há acesso espacial às enzimas (REGULY, 1996).

A granulação e a cristalinidade são uma limitação à operação conhecida como liqüefação do amido, condição prévia para que possa haver hidrólise enzimática do mesmo. Sem a perda da cristalinidade do amido, como também da celulose, não há condições de ataque hidrolítico ao polissacarídeo. O qual somente pode ocorrer sobre amido intumescido, gelatinizado ou mecanicamente pulverizado (REGULY, 1996).

A hidrólise enzimática da amilose e das ligações  $\alpha$ -1,4 dos segmentos de amilopectina, pela ação de uma  $\alpha$ -amilase produz as maltodextrinas.

## 2.2 - ENZIMAS

Enzimas são catalisadores biológicos, formados por proteínas, que participam nas reações metabólicas de todos os organismos vivos. Atuam de forma a acelerar uma reação bioquímica, reduzindo a energia de ativação, sem no entanto alterar a constante de equilíbrio ou a energia livre da reação. Como a enzima não é consumida na reação, sua ação catalítica é semelhante à dos catalisadores inorgânicos. O que as distingue de um catalisador sintético (químico) comum, é a sua capacidade de catalisar uma reação sob condições suaves, como em soluções aquosas em temperatura e pressão normais, com conseqüente diminuição do risco de desnaturação térmica dos compostos termolábeis, além da redução das necessidades energéticas e dos efeitos corrosivos (ZANIN, 1989).

Uma grande vantagem das enzimas sobre os catalisadores químicos é que elas possuem uma alta especificidade ao substrato, o que leva a um rendimento maior na reação e uma baixa formação de subprodutos. Além disso, as reações enzimáticas tem um baixo consumo de energia e ocorrem em condições de reação suaves (temperatura, pressão e pH). No entanto, as reações enzimáticas tem uma alta sensibilidade às variações de temperatura e pH, e a separação catalisador/produto é difícil e dispendiosa (LIMA, 1996).

Além da quantidade de enzima presente, existem vários fatores que influenciam a atividade enzimática. Os principais são (LIMA, 1996):

**pH:** pelo fato das enzimas serem proteínas, o caráter iônico dos grupos amino e grupos carboxílicos da proteína são afetados pelas mudanças de pH. Valores altos ou baixos de pH podem causar a desnaturação, e as vezes até a completa inativação da enzima;

**temperatura:** a reação enzimática é sensível à mudança de temperatura. Devido à natureza protéica de uma enzima, aumentando-se a temperatura ocorrerá uma desnaturação térmica, com conseqüente redução da concentração efetiva, implicando no decréscimo da velocidade de reação;

**concentração do substrato:** a velocidade de uma reação catalisada por uma enzima depende diretamente da concentração desta. Se a concentração do reagente ou substrato é aumentada, mantendo-se fixa a concentração da enzima e as demais condições, observa-se que a atividade enzimática atinge um máximo, além do qual não se tem efeito adicional mesmo quando se aumenta a concentração do substrato;

**concentração de qualquer ativador presente:** certas substâncias são capazes de ativar as reações enzimáticas. Esta ativação pode ser resultado da ação de um íon inorgânico como  $K^+$  ou  $Na^+$ , sobre a velocidade de reação. Muitas coenzimas ou grupos prostéticos são agentes ativadores;

**concentração de qualquer inibidor presente:** ao contrário dos ativadores, o efeito dos inibidores é diminuir a velocidade de reação.

Na Tabela 2.4 apresenta-se uma comparação das enzimas com os catalisadores inorgânicos.

Tabela 2.4 - Comparação das enzimas com os catalisadores inorgânicos (ZANIN, 1989)

CARACTERÍSTICA	ENZIMAS	CATALISADORES QUÍMICOS
Especificidade ao substrato	alta	baixa
Natureza da estrutura	complexa	simples
Sensibilidade à temperatura e pH	alta	baixa
Condições de reação (T, P e pH)	suaves	drásticas (geralmente)
Custo de obtenção (isolamento e purificação)	alto	moderado
Natureza do processo	batelada	contínuo
Consumo de energia	baixo	alto
Formação de subprodutos	baixa	alta
Separação catalisador/produto	difícil/cara	simples
Atividade catalítica (temperatura ambiente)	alta	baixa
Presença de cofatores	sim	não
Estabilidade do preparado	baixa	alta
Energia de ativação	baixa	alta
Velocidade de reação	alta	baixa

### 2.2.1 - ENZIMA ALFA-AMILASE

As enzimas amilolíticas são as carboidrases mais importantes e mais difundidas na natureza, chamadas antigamente de diastases. Junto com as proteases, as amilases foram as primeiras enzimas usadas tecnologicamente pelo homem, já em inícios do século, em processos industriais (REGULY, 1996).

A  $\alpha$ -amilase (EC 3.2.1.1;  $\alpha$ -1,4 glicano 4-glicanohidrolase), é uma enzima extracelular, que hidrolisa aleatória mas simultaneamente várias ligações  $\alpha$ -1,4 não terminais de moléculas de amilose, amilopectina, glicogênio e dextrinas, não atuando sobre as ligações  $\alpha$ -1,6. Seu ataque é portanto do tipo endo, internos à molécula. A ação enzimática se caracteriza por rápida diminuição da opacidade e da viscosidade das dispersões de amido, o que se traduz em liquificação, isto é, uma maior fluidez das mesmas, levadas primeiramente ao ponto de gelatinização do amido, bem como por diminuição da intensidade da coloração com soluções de iodo. Os produtos finais da hidrólise são 70 a 90% de maltose, oligossacarídeos e dextrinas, a maioria com quatro a oito unidades de glicose (que ainda produzem coloração com o iodo e que contém ainda alguma ligação  $\alpha$ -1,6), além de pequenas quantidades de D-glicose (REGULY, 1996).

O ataque se dá primeiro e preferencialmente sobre cada passo da espiral helicoidal da amilose ou da amilopectina, originando dextrinas ou seus múltiplos. Secundariamente, são atacadas cada duas ligações  $\alpha$ -1,4 das dextrinas originadas, incluindo as ligações  $\alpha$ -1,4 vizinhas às ramificações da amilopectina, resultando a maltose. As ligações,  $\alpha$ -1,6, origem das ramificações, não são atacadas por resultar isomaltose ( $\alpha$ -1,6 glicopiranosil-D-glicopiranose).

A  $\alpha$ -amilase também é chamada de enzima dextrinizante e de liquificação.

Do ponto de vista químico, a  $\alpha$ -amilase é uma metaloproteína, com o íon  $\text{Ca}^{+2}$  como cofator no grupo prostético, o que confere maior estabilidade à enzima frente ao calor (desnaturação térmica); são ativadores da enzima os ânions  $\text{Cl}^- > \text{Br}^- > \text{I}^- > \text{NO}_3^-$  (REGULY, 1996).

A  $\alpha$ -amilase é encontrada nos tecidos e meios os mais diversos: saliva, pâncreas, cereais, bactérias e fungos. Sua resistência à desnaturação térmica depende de sua origem ou do processo de biossíntese.

Na Figura 2.6 apresenta-se uma ilustração da estrutura da  $\alpha$ -amilase.



Figura 2.6 - Estrutura da alfa amilase

Algumas amilases bacterianas, de *Bacillus subtilis*, *B. coagulans*, *B. licheniformis* e *B. stearothermophilus*, têm a sua atividade ótima próxima aos 80 °C, sendo algumas ainda ativas acima de 100°C.

Distintas amilases diferem entre si na forma como unem o íon Ca; e foi demonstrado por Bruchmam (1980), citado por REGULY (1996), que a falta deste íon impossibilita a ação enzimática. Geralmente há suficiente cálcio presente, para a atividade ótima da enzima, mas a adição de cálcio em excesso, em aplicações industriais, dá maior proteção frente à citada desnaturação. Fogarty & Kelly (1979), citados por REGULY (1996), afirmam que a remoção de cálcio por sequestrantes/quelantes, conduz à inativação; a qual, entretanto, é reversível, se for removido o agente quelante.

Íons de metais pesados, Ag<sup>+</sup>, Hg<sup>+2</sup>, Cu<sup>+2</sup>, Pb<sup>+2</sup>, Fe<sup>+3</sup>, são inibidores. O cloro livre em águas de abastecimento pode inativar a α-amilase bacteriana, principalmente na

ausência de substrato Gould (1975), citado por REGULY (1996). Agentes oxidantes, como iodo e periodato de potássio, inibem a  $\alpha$ -amilase vegetal. Por outro lado, os íons  $\text{Cl}^-$  são ativadores da amilase salivar, pancreática e bacteriana, mas não da amilase fúngica.

A Tabela 2.5 apresenta as condições de pH e temperatura para a atividade e estabilidade da  $\alpha$ -amilase de diversos microorganismos, incluindo alguns especialmente termoestáveis (Wasserman (1984), citado por REGULY (1996)).

Tabela 2.5 - Condições ótimas de pH e temperatura para a atuação da enzima  $\alpha$ -amilase

Microorganismo (c)	Faixa de pH (a)	Temperatura ótima (b)	Estabilidade (c)
<i>Aspergillus orizae</i>	4 – 6	55 <sup>0</sup> C	50 <sup>0</sup> C
<i>Bacillus subtilis</i>	5 – 7	55 <sup>0</sup> C	50 <sup>0</sup> C
<i>B. amyloliquefaciens F</i>	5 – 9	65 <sup>0</sup> C	45 <sup>0</sup> C
<i>B. stearothermophilus</i>	5 – 6	65 <sup>0</sup> C	50 <sup>0</sup> C
<i>B. acidocaldarius</i>	2 – 6	75 <sup>0</sup> C	60 <sup>0</sup> C
<i>B. licheniformis</i>	5 – 10	90 <sup>0</sup> C	75 <sup>0</sup> C

(a) – Faixa em que se observa aproximadamente 80% da atividade máxima.

(b) – Temperatura de máxima atividade sob condições normais de ensaio.

(c) – Temperatura, aproximada, mais alta de aquecimento por 30 minutos, com retenção de 90% da atividade.

## 2.3 - MALTODEXTRINAS

### 2.3.1 - DEFINIÇÃO E HISTÓRICO

A hidrólise do amido e seus componentes amilose e amilopectina resulta na produção de D-glicose, maltose e uma série de oligossacarídeos e polissacarídeos que possuem uma estrutura similar à do polissacarídeo original. Os menores membros desta série, que possuem um grau de polimerização (GP) na faixa de 3 a 20, são conhecidos como maltodextrinas (KENNEDY et al., 1985). Normalmente, as maltodextrinas contêm um baixo teor de glicose e maltose.

Segundo MOLLAN & ÇELIK (1996), o THE UNITED STATES PHARMACOPEIA AND NATIONAL FORMULARY, define maltodextrina como uma mistura de polímeros não-doces e nutritivos que consistem de unidades de D-glicose, com uma dextrose equivalente (D.E.) inferior a 20. Esta é preparada pela hidrólise parcial de um amido de qualidade alimentícia, por meio de ácidos ou enzimas. A maltodextrina pode ser física ou quimicamente modificada de modo a melhorar suas características funcionais.

No CHEMICAL ABSTRACT, o número de identificação para a maltodextrina é AS-9050-36-6.

As maltodextrinas, portanto, são polímeros da D-glicose, onde os resíduos individuais  $\alpha$ -D-glicopiranosil são unidos por meio de ligações (1→4) formando cadeias lineares com pontos de ramificação nas ligações (1→6). Dessa forma apresentam a fórmula geral:  $H(C_6H_{10}O_5)_n-OH$ . Geralmente são reconhecidas como um alimento seguro para o consumo humano, sob código 21 CFR 184.1444 (MOLLAN & ÇELIK, 1996; KENNEDY et al., 1985).

Os primeiros registros sobre a produção de maltodextrina datam de 1878. Herzfield, (1878) citado por BAKER & HULTON (1938), foi o primeiro pesquisador a usar o termo maltodextrina para descrever produtos da degradação do amido.

### 2.3.2 - DEXTROSE EQUIVALENTE (D.E.)

O termo Dextrose Equivalente (D.E.) é definido como o conteúdo de açúcares redutores presentes no material hidrolisado, comparado com o valor de redução de um

igual peso de glicose, e expresso como percentagem em base seca. Desse modo o valor da D.E. pode ser calculado pela equação 2.1 (LLOYD & NELSON, 1984; MOLLAN & ÇELIK, 1996).

$$D.E. = \frac{\text{açúcares redutores (\%)}}{\text{substância seca (\%)}} \times 100 \quad (2.1)$$

Pode-se observar pela equação 2.1 que o valor da D.E. é inversamente proporcional ao grau de polimerização, logo o amido não hidrolisado tem um valor de D.E. igual a zero, enquanto a glicose anidra tem uma D.E. igual a 100 (LOOYD & NELSON, 1984). Quanto maior o valor de D.E., maior a extensão da hidrólise do amido.

Os produtos da conversão do amido com valores de dextrose equivalente acima de 20 são denominados como xaropes de glicose. Produtos que apresentam traços de dextrose são conhecidos como dextrinas, e produtos que apresentam valores de dextrose equivalente abaixo de 20 e que contenham pequenas quantidades de dextrose, são conhecidos como maltodextrinas (MOLLAN & ÇELIK, 1996). Na Figura 2.7 apresenta-se esquematicamente esta classificação.

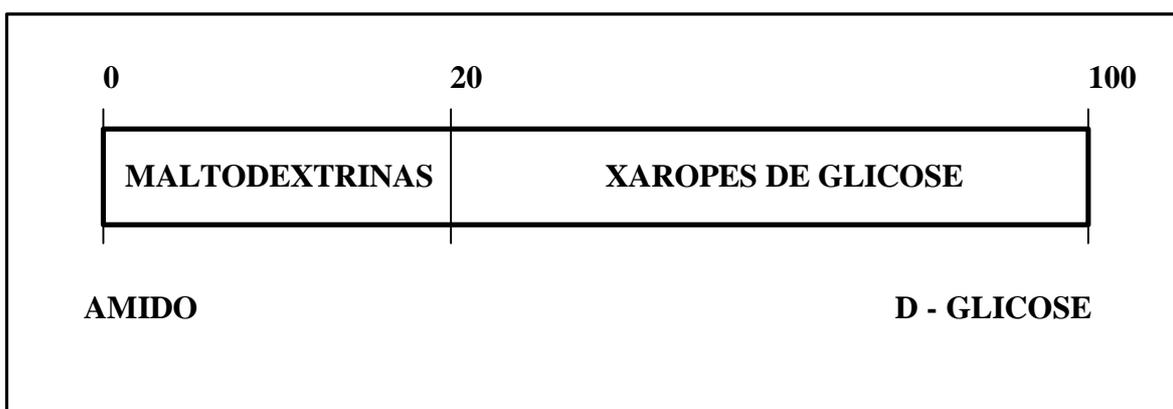


Figura 2.7 - Classificação dos hidrolisados de amido

De modo geral, a maltodextrina comercial é organizada em grupos de D.E. e comercializadas com especificações características ao seu valor de D.E.

KENNEDY et al. (1985) observaram que maltodextrinas comercialmente disponíveis nem sempre apresentam os valores especificados de D.E. A determinação individual dos oligossacarídeos é o meio mais preciso e confiável para descrever os hidrolisados do amido. Isso explica a variabilidade e a difícil reprodução de resultados, quando da utilização de maltodextrinas oriundas de diferentes fontes, na formulação de produtos alimentícios. Segundo esses pesquisadores, os valores de D.E. têm pouco uso prático para descrever a natureza da maltodextrina e em particular a sua composição. Por exemplo, o amido tem uma D.E. = 0 e a D-glicose uma D.E. = 100, portanto um material com D.E. 50 pode representar qualquer número obtido a partir de diferentes combinações de componentes de um amido contendo 100 resíduos de D-glicopiranosil. Se um único resíduo de D-glicose é hidrolisado em uma extremidade terminal da molécula de amido, então o resultado da mistura equimolar de D-glicose com um produto contendo 99 resíduos de D-glicopiranosil, terá o mesmo valor de D.E. de uma amostra na qual todas as moléculas do amido tenham sido hidrolisadas para produzir 2 moléculas de um material contendo 50 resíduos de D-glicopiranosil. As propriedades desses dois hidrolisados serão totalmente diferentes.

### 2.3.3 - PRODUÇÃO DE MALTODEXTRINAS

Maltodextrinas são produzidas por processos substancialmente idênticos aos usados na produção de xaropes de glicose, exceto a hidrólise que é controlada para manter a D.E. abaixo de 20.

A hidrólise pode ser realizada por meio de um ácido (usualmente HCl) ou com enzimas ( $\alpha$ -amilase e pululanase). Alguns processos empregam ambos os métodos, hidrólise ácida e enzimática. Maltodextrinas produzidas por hidrólise catalisada por ácidos têm uma forte tendência à retrogradação e escurecimento. Fragmentos lineares de amido hidrolisado com ácido e com baixa D.E., são grandes o suficiente para reassociar formando agregados insolúveis. Estas partículas retrogradadas atribuem às maltodextrinas uma coloração escura e um sabor amargo, o que é uma característica indesejável em várias de suas aplicações. Para produtos com baixa D.E. estas características são pouco perceptíveis, porém para hidrolisados com altos valores de D.E. (45-50) o produto obtido não é

apropriado para o consumo humano (LLOYD & NELSON, 1984; KENNEDY et al., 1985).

Em 1911 Wulkan patenteou um processo de produção de dextrinas baseado na impregnação de 6 a 8% do amido a ser hidrolisado com ácido (0,2 a 0,4%), e em seguida este amido acidulado foi misturado com o restante do amido, sendo em seguida alimentado num recipiente aquecido. Dessa forma o amido acidulado, que está sofrendo hidrólise, está continuamente em contato com amido seco, não-acidulado, que é alimentado ao recipiente, enquanto, com a mesma taxa de alimentação, é removido o amido dextrinizado. Nesse caso o consumo de energia para a secagem do produto é baixo (WULKAN, 1911).

Para evitar o escurecimento e obter maltodextrinas com baixa higroscopicidade e alta solubilidade em água, é desejável usar a catálise enzimática ou ácido-enzimática. Nos processos de hidrólise enzimática ( $\alpha$ -amilase bacteriana), dextrinas lineares responsáveis pela formação do escurecimento são hidrolisadas em preferência às dextrinas ramificadas.

Para uma hidrólise ácido-enzimática, ARMBRUSTER & HARJES (1971), recomendam uma hidrólise inicial ácida da solução de amido até a faixa de D.E. 5-15. O hidrolisado é então neutralizado e submetido a uma hidrólise posterior com uma  $\alpha$ -amilase bacteriana, como a obtida a partir do *Bacillus subtilis* ou *Bacillus mesentericus*. Maltodextrinas derivadas de tais processos são livres de escurecimento e não sofrem retrogradação quando armazenada.

O uso de enzimas para a hidrólise do amido, tem sido desenvolvido não apenas por resultar em um produto mais puro (como resultado de uma degradação mais específica) mas também por permitir uma maior flexibilidade na composição final do produto, devido aos diferentes tipos de enzimas que podem ser empregadas no processo. Duas enzimas que vêm sendo extensivamente usadas na produção de maltodextrinas são a  $\alpha$ -amilase (1,4- $\alpha$ -D-glicano glicanohidrolase, EC 3.2.1.1) e a pullulanase (pullulan 6-glicanohidrolase, EC 3.2.1.41). A  $\alpha$ -amilase é uma endoenzima que hidrolisa aleatoriamente as ligações (1 $\rightarrow$ 4) em  $\alpha$ -D-glicanos como o amido, amilose e amilopectina, e reduz rapidamente o peso molecular do polissacarídeo e conseqüentemente a viscosidade das soluções. A pullulanase é específica para ligações (1 $\rightarrow$ 6) em  $\alpha$ -D-glicanos e portanto, age como uma enzima desramificadora, resultando em uma série de oligossacarídeos com ligações (1 $\rightarrow$ 4). A ação individual da pullulanase não forma maltodextrinas de alto D.E., mas é freqüentemente usada para modificar os produtos da hidrólise ácida e da hidrólise com  $\alpha$ -amilase com a

finalidade de obter maltodextrinas com pouco ou nenhum polissacarídeo remanescente (KENNEDY et al., 1985).

Com o objetivo de aumentar o tempo de estocagem e facilitar o transporte de maltodextrinas, HARTOG (1939), desenvolveu processos e equipamentos para a produção de maltodextrinas em pó ou granulada a partir do xarope concentrado de maltodextrina .

BRAATEN (1970), utilizou maltodextrinas como agentes de volume na produção de adoçantes artificiais granulados, à base de ciclamatos e sacarina, secos em secador a vácuo, com o objetivo de obter um adoçante com aparência semelhante à da sacarose.

COKER & VENKATASUBRAMANIAN (1984) desenvolveram um processo para a produção de maltodextrina com baixo D.E. (10-13) que incluía o cozimento da solução de amido (24% p/v, pH 7,0) com enzima  $\alpha$ -amilase (0,4% p/p) a 104 – 107 °C por 11 minutos, e em seguida um resfriamento da solução a 93 – 96 °C. Neste ponto, a D.E. da solução era de 4,2 a 4,6, e a aparência era translúcida. Continuavam o processo de hidrólise a 93 °C até alcançar a D.E. desejada (10,5). O aumento da taxa de hidrólise era controlado por meio do pH, o qual era mantido em 5,0 – 5,5 (limite inferior do pH ótimo de atuação da  $\alpha$ -amilase). No final do processo a enzima  $\alpha$ -amilase era desativada pela redução do pH para 3,3 – 3,5 com a adição de HCl. Nesta fase ainda era mantida a temperatura de 93 °C por 45 minutos. Com isto previniam a precipitação e retrogradação do amido. A solução obtida foi filtrada, em seguida o pH foi elevado para 5,5, adicionaram carvão ativo (remover a coloração do produto) e realizaram nova filtração. O processo foi realizado a 76 °C. Após a evaporação do produto até 46% de umidade, o material foi seco em secador tipo spray e produziu uma maltodextrina com D.E. 10,5.

As maltodextrinas disponíveis no mercado apresentam-se na forma de pó seco ou granulado, podendo ser encontradas na forma de solução altamente concentrada (LLOYD & NELSON, 1984).

Segundo MOLLAN & ÇELIK (1996), maltodextrinas são pós ou granulados brancos. Possuem sabor suave, são inodoras e com um baixo nível de doçura.

O peso molecular médio do amido decresce à medida que aumenta o valor da D.E. da maltodextrina, e mesmo em baixos valores de D.E. o peso molecular das maltodextrinas é menor que o do amido original. Esta diferença entre os pesos moleculares do amido e dos hidrolisados, confere às maltodextrinas uma série de propriedades funcionais úteis para as aplicações na indústria alimentícia e farmacêutica.

### 2.3.4 - COMPOSIÇÃO E PROPRIEDADES DAS MALTODEXTRINAS

A composição das maltodextrinas não depende apenas do valor de D.E. O método de hidrólise empregado na sua produção influencia o perfil dos sacarídeos que as compõe, sendo diferente para maltodextrinas obtidas por hidrólise ácida, hidrólise enzimática ou ácido enzimática. Na Tabela 2.6 mostra-se a diferença entre duas maltodextrinas de mesma D.E., porém produzidas por vias diferentes (LLOYD & NELSON, 1984).

Tabela 2.6 - Distribuição de acordo com o peso molecular de sacarídeos de maltodextrinas preparadas por hidrólise catalisada por ácido ou enzima (LLOYD & NELSON, 1984)

Sacarídeos	Hidrolisado, % por peso	
	D.E. 15 (ácido)	D.E. 15 (enzima)
Mono	3,7	0,7
Di	4,4	5,5
Tri	4,4	6,9
Tetra	4,5	5,2
Penta	4,3	5,5
Hexa	3,3	10,6
Acima	75,4	65,6

O hidrolisado ácido contém uma grande proporção de dextrinas de alto peso molecular, um material que facilmente retrograda.

A solubilidade das maltodextrinas varia com a D.E. e com o método de hidrólise empregado na produção. LLOYD & NELSON (1984), encontraram dados de solubilidade em água para produtos nas diversas faixas de dextrose equivalente, apresentados na Tabela 2.7.

Tabela 2.7 - Solubilidade de maltodextrinas

Faixa de D.E.	Solubilidade aproximada, % de sólidos à temperatura ambiente
9 – 12	40
13 – 17	60
17 – 20	70

Maltodextrinas produzidas por hidrólise enzimática, contêm baixas concentrações de sacarídeos com alto peso molecular e apresentam maior solubilidade em água em relação às maltodextrinas com a mesma D.E., porém obtidas por hidrólise ácida (LLOYD & NELSON, 1984).

Maltodextrinas são relativamente não higroscópicas quando comparadas aos xaropes de glicose. Quanto menor a D.E., menor a tendência a absorver umidade (LLOYD & NELSON, 1984).

A alta viscosidade de maltodextrinas, uma importante propriedade em muitas aplicações, deve-se aos altos níveis de sacarídeos com alto peso molecular. Na Tabela 2.8 são mostrados valores de viscosidade para dois tipos de maltodextrinas de uso geral (LLOYD & NELSON, 1984).

Tabela 2.8 - Viscosidade de soluções de maltodextrinas (LLOYD &amp; NELSON, 1984)

% de sólidos	Viscosidade a 37,8° C (cP)		
	Maltodextrinas		Xarope de glicose
	10 – 15 D.E.	15 – 20 D.E.	25 – 30 D.E.
50	125	12,5	1,2
60	1.250	125	12
70	20.000	2000	200

Maltodextrinas podem ser diferenciadas por seus diferentes graus de hidrólise, densidade bulk, ou tamanho das partículas, fornecendo uma ampla série de funcionalidade.

O grau de hidrólise afeta fortemente as propriedades funcionais das maltodextrinas. A Figura 2.9 ilustra as variações nas propriedades funcionais relativas ao valor de D.E. (MALTRIN, 1996).

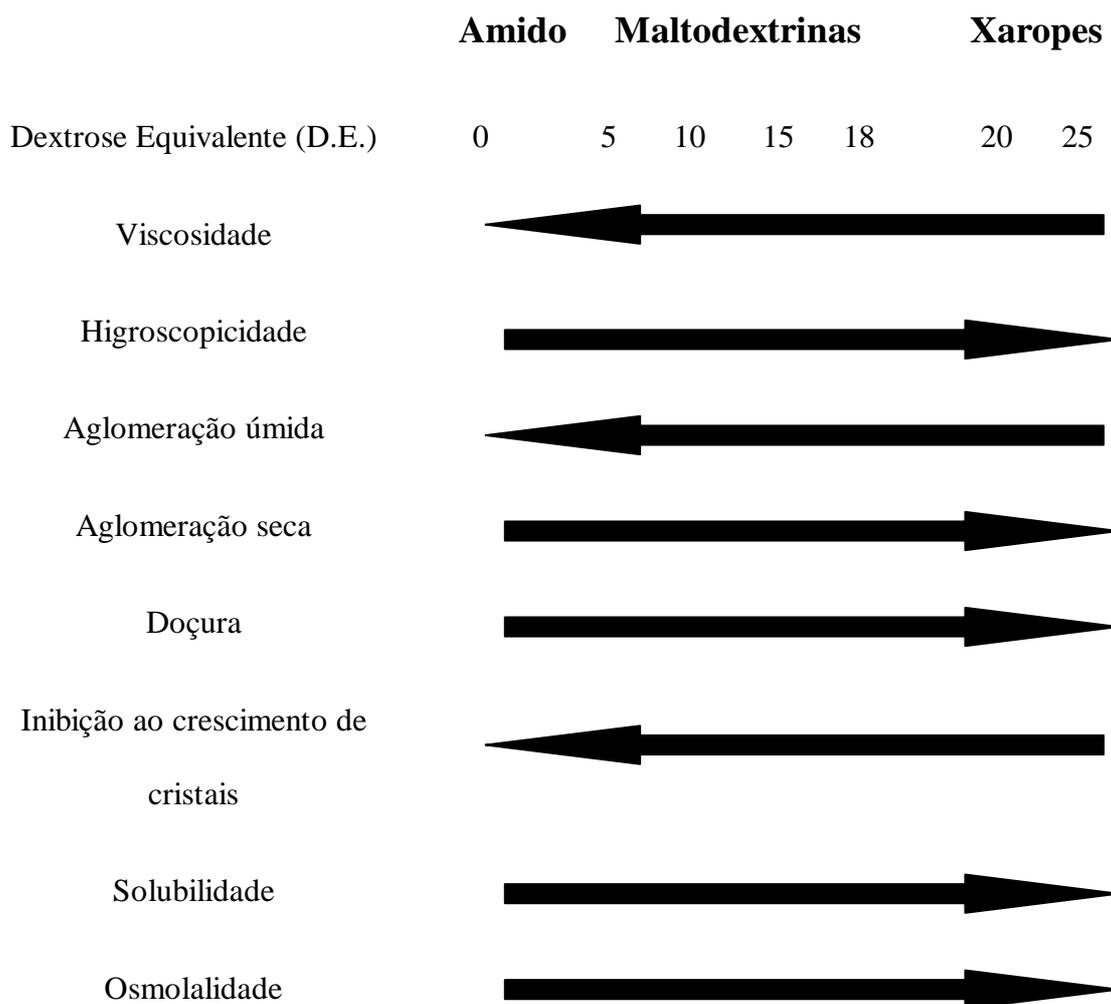


Figura 2.8 - Variação das propriedades funcionais da maltodextrina em relação à D.E. (MALTRIN, 1996)

### 2.3.5 - PERFIL DOS CARBOIDRATOS

Maltodextrinas poderão ter diferentes perfis de carboidratos, dependendo dos seus valores de D.E. e do método de hidrólise empregado. Este perfil tem efeitos importantes para as propriedades físico-químicas das maltodextrinas podendo definir o tipo de aplicação para cada uma. Maltodextrinas com baixo peso molecular vão influenciar na doçura, viscosidade e propriedades umectantes dos produtos. Enquanto, componentes com alto peso molecular vão influenciar na solubilidade e estabilidade (MOLLAN & ÇELIK, 1996).

A análise do nível e distribuição de sacarídeos tem sido melhorada com os avanços da cromatografia líquida de alta performance (HPLC). Este tipo de análise identifica cada sacarídeo, com base no comprimento da cadeia ou grau de polimerização. Onde GP1 é glicose, GP2 maltose, e assim sucessivamente.

A ficha técnica distribuída pela GRAIN PROCESSING CORPORATION (MALTRIN, 1996), apresenta valores típicos ou representativos do grau de polimerização de maltodextrinas comerciais, obtidos por meio da cromatografia líquida de alta performance (HPLC). Alguns exemplos são mostrados na Tabela 2.9.

Tabela 2.9 - Conteúdo médio de carboidratos, % de base seca (MALTRIN, 1996)

D.E.	Maltodextrinas				Xaropes de glicose	
	5	10	15	18	20	25
GP1	0,3	0,8	1,3	1,6	2,3	7,6
GP2	0,9	2,9	4,8	5,8	7,4	6,9
GP3	1,4	4,4	6,7	7,8	9,1	7,0
GP4	1,4	3,8	5,5	6,1	6,8	6,8
GP5	1,3	3,4	4,7	5,4	6,3	6,3
GP6	1,8	5,7	8,4	10,2	11,9	5,6
GP7	2,4	6,8	9,1	10,2	10,0	5,1
GP8	2,0	4,5	4,8	4,4	3,7	4,6
GP9	1,8	3,1	2,9	2,7	2,1	4,1
GP10	1,7	2,5	2,1	2,0	1,7	3,4
GP10 +	85,0	62,1	49,7	43,8	38,7	42,6

### 2.3.6 - CARACTERÍSTICAS DE MALTODEXTRINAS COM DIFERENTES GRAUS DE HIDRÓLISE

O valor de dextrose equivalente D.E. é diretamente proporcional ao grau de hidrólise das maltodextrinas.

A GRAIN PROCESSING CORPORATION (MALTRIN, 1996), indica as características de maltodextrinas, separando-as por seus valores de dextrose equivalente:

**D.E. = 5**

Produz soluções claras até 15% de sólidos secos. Adiciona viscosidade e paladar. Apresenta higroscopicidade extremamente baixa e doçura mínima. Pode ser usada como umidificante. Excelentes propriedades para a formação de filmes. Possui grânulos de baixa densidade, com boa resistência física e propriedades de fluidez. Exibe boa dispersibilidade e características de dissolução.

**D.E. = 10**

Muito baixa higroscopicidade, açúcares redutores, e doçura. Solúveis até 30% de sólidos secos. Excelente carreador e agente de volume. Fornece excelente paladar. Usadas em ligações, revestimentos e secagem em spray. Possui grânulos de baixa densidade com boas resistência física e propriedades de fluidez. Exibe excelente dispersibilidade e características de dissolução. Ligante diretamente compressível e diluente. É muito bom carreador quando se requer baixa densidade bulk.

**D.E. = 15**

Baixa higroscopicidade e açúcares redutores com doçura muito fraca. Solúvel até 60% de sólidos secos. Diretamente compressível com excelentes propriedades aderentes. Baixa densidade dos grânulos com boa resistência física e propriedades de fluidez. Exibe excelente dispersibilidade e características de dissolução.

**D.E. = 18**

Baixa higroscopicidade e açúcares redutores com doçura fraca. Solúvel até 70% de sólidos secos. Boas propriedades de aderência e revestimento. Diretamente compressível. Baixa densidade dos grânulos com boa resistência física e propriedades de fluidez. Exibe excelente dispersibilidade e características de dissolução.

### **2.3.7 - APLICAÇÕES DE MALTODEXTRINAS**

#### **2.3.7.1 - APLICAÇÕES DE MALTODEXTRINAS NA INDÚSTRIA DE ALIMENTOS**

Maltodextrinas são usadas extensivamente na indústria de alimentos como um condicionador de umidade, espessante alimentício, inibidor de cristalização, estabilizante, carreador e agente de volume (LLOYD & NELSON, 1984; KENNEDY et al., 1985; VISAVARUNGROJ & REMON, 1992; MOLLAN & ÇELIK, 1996).

Segundo COKER & VENKATASUBRAMANIAN (1984), as maltodextrinas são úteis como base na preparação de produtos alimentícios. São aditivos de baixa doçura e pouco higroscópicos. Outras aplicações incluem o uso de maltodextrinas como carreador de adoçantes sintéticos; realçador de sabor; aditivos de agentes corantes; adjunto na secagem de extratos de café e chás em secador spray; agente de volume e dispersante em cremes sintéticos ou embranqueador de café; agente umidificante para pães, carnes e massas; agente de volume e espessante em pudins, sopas e sobremesas geladas.

Usualmente, as maltodextrinas são processadas fisicamente por secagem em spray, aglomeração em leito fluidizado e compactação com rolos, para melhorar suas características físicas.

Maltodextrinas são geralmente consideradas não susceptíveis às reações de Maillard, a qual conduz ao escurecimento e descoloração (MOLLAN & ÇELIK, 1996).

Isotônicos usados por atletas contêm maltodextrinas. Devido a maltodextrina não ser tão doce como as outras formas de carboidratos, melhora a ingestão de bebidas de carboidratos, utilizadas para aumentar o condicionamento físico. Elas permitem uma melhor absorção em relação a outras formas de carboidratos, como a glicose, frutose, etc.

#### **2.3.7.2 - APLICAÇÕES DE MALTODEXTRINAS NA INDÚSTRIA FARMACÊUTICA**

De acordo com o citado no boletim técnico da GRAIN PROCESSING CORPORATION (MALTRIN, 1996), na área farmacêutica, algumas aplicações das maltodextrinas são:

**Crems e loções:** Maltodextrinas são ingredientes inertes e não provocam irritações. Essas características juntamente com suas propriedades umectantes, as torna muito efetivas como enchimento para medicamentos em creme ou loção.

**Granulação seca:** Maltodextrinas são aglutinantes efetivos na compactação. A ampla faixa de maltodextrinas com diferentes valores de D.E., permite o controle de fórmulas de compactação e higroscopicidade do produto. São empregadas em tabletes.

**Líquidos farmacêuticos:** Maltodextrinas são usadas em xaropes e outros produtos farmacêuticos líquidos. A osmolalidade, doçura e viscosidade irão variar de acordo com a maltodextrina escolhida. Maltodextrinas também inibem o crescimento de cristais em sistemas com quantidades elevadas de açúcares.

**Medicamentos nutricionais:** Maltodextrinas são polímeros de glicose facilmente digestíveis, usadas em alimentação parenteral por meio de sonda nasogástrica, produtos com poucos resíduos, fórmulas de produtos geriátricos e infantis, e líquidos de reidratação. Ajuda no controle da osmolalidade e doçura, fornecendo um máximo de energia à osmolalidade do corpo.

**Sabonetes e detergentes:** Maltodextrinas são ingredientes que não provocam irritações, característica muito importante na produção de sabonetes e detergentes. São excelentes carreadores de fragrâncias ou princípios ativos. Atribuem maior volume e estrutura aos produtos.

**Secagem em spray:** Maltodextrinas são os produtos preferidos para secagem em spray. A baixa higroscopicidade, alta solubilidade, e propriedades de formação de filmes, as tornam ideais para secagem de fragrâncias e princípios ativos em spray.

**Comprimidos:** Maltodextrinas são usadas em uma variedade de comprimidos, aplicadas como aglutinantes, carreadores ou diluentes. Elas aumentam a resistência e a friabilidade

dos comprimidos. Em comprimidos mastigáveis a maltodextrina proporciona flexibilidade na formulação de doçura e paladar.

**Pastilhas para garganta:** As maltodextrinas oferecem muitas propriedades funcionais únicas para a produção de pastilhas. Elas inibem a cristalização do açúcar, aumentam a vida de prateleira, e mantêm os níveis de umidade nas pastilhas produzidas.

**Granulação úmida:** Maltodextrinas são aglutinantes ideais para fórmulas de granulação úmida. Elas são de fácil utilização, devido a alta solubilidade em água fria e baixa viscosidade.

### **2.3.7.3 - APLICAÇÕES DE MALTODEXTRINAS NA ALIMENTAÇÃO ANIMAL**

A inclusão de produtos de origem vegetal nos sucedâneos de animais pré-ruminantes aumentou, nos últimos anos, em razão, do menor preço das proteínas alternativas. A introdução de proteínas de origem vegetal na dieta de animais pré-ruminantes reduz a velocidade de absorção de glicose e aumenta a concentração plasmática de triglicerídeos logo após a alimentação (PRADO et al., 1994 a).

A substituição de parte das proteínas do leite materno na alimentação inicial dos mamíferos é muito difícil, levando, não em raras ocasiões, a reações de rejeição e intolerância. A utilização de amido pré-gelatinizado (maltodextrina) em substituição a ¼ das proteínas do leite na alimentação de mamíferos, leva a resultados bem satisfatórios. (PRADO et al., 1994 b)

### **2.3.7.4 - APLICAÇÕES DIVERSAS**

Maltodextrinas e outras dextrinas de maior GP, têm variados usos industriais, baseados quase todos nas propriedades dos filmes de camadas de dextrinas capazes de atuar como adesivos e ligantes, líquidos ou sólidos, de superfície de substância similares ou não (Evans & Würzburg, 1962 citados por REGULY, 1996).

A ligação de adesividade decorre das pontes de hidrogênio formadas entre as hidroxilas das dextrinas e as existentes na superfície a ser ligada. Devido à menor

viscosidade das soluções de dextrinas em relação às soluções de amido, há a possibilidade de emprego de várias concentrações de dextrinas, alterando-se assim a força adesiva e a resistência dos filmes, o que não é possível com o amido nativo. Assim, o uso se estende desde gomas e colas para papéis (envelopes, selos, fitas gomadas) até auxiliares no acabamento de papéis, fios, tecidos, componentes de areias de fundição, ligantes de agregados de minérios e carga de suporte de certos corantes (REGULY, 1996).

#### 2.4 - REMOÇÃO DE GLICOSE COM ETANOL

O etanol tem sido utilizado como um solvente apropriado para o fracionamento e purificação de maltodextrinas obtidas a partir de hidrolisados de amido.

LING & NANJI (1925) produziram dextrinas estáveis a partir de amido de batata (7 – 8% p/v) liqüefeito a 40°C com diastase de malte precipitada (enzima amilase). A precipitação das dextrinas foi realizada com uma solução de etanol a 95% (85 – 86% na mistura), sendo o rendimento obtido correspondente a 450g dextrina/kg de amido. O poder redutor da solução de dextrina obtida foi de 60% em relação à maltose, demonstrando que não havia glicose presente na dextrina.

Maltodextrina foi produzida a partir da hidrólise de amido de batata tratado com amilase de maltes, e após 3 horas o produto obtido foi filtrado. Uma precipitação com etanol a 99% forneceu um pó branco, não-higroscópico e ligeiramente adocicado. Esta maltodextrina, foi então acrescida de nutrientes e fermentada com leveduras (*Saccharomyces cerevisiae*) a 27°C por 7 dias. Neste caso somente a maltose foi consumida pela levedura, pois devido à precipitação com etanol a glicose havia sido removida (BAKER & HULTON, 1938).

Pesquisadores da empresa TEIJIN (1974) desenvolveram um procedimento para a produção de ciclodextrinas a partir da hidrólise do amido com a  $\alpha$ -amilase. Nesse trabalho desenvolveram um método de produção de maltodextrinas isentas de glicose, sendo esta removida por meio de uma solução de etanol a 90%.

Suzuki et al. ( 1975 ), referenciado por SZEJTLI ( 1982 ), citam um método de eliminação de glicose e maltose a partir da secagem do hidrolisado em secador tipo spray, seguida de lixiviação do pó seco, com etanol 90%, o qual remove completamente esses açúcares.

## **3 – MATERIAIS E MÉTODOS**

Neste capítulo serão apresentados os materiais, equipamentos e metodologia utilizada em cada etapa do processo de produção de maltodextrina com baixo teor de glicose.

### **3.1 - MATERIAIS**

#### **3.1.1 - SUBSTRATO**

Foi utilizado como substrato, fécula de mandioca (COPAGRA), com teor de umidade médio de 11,5%.

Foram preparadas soluções de amido liquêfeito em vários graus de hidrólise conforme metodologia descrita no item 3.2.4.

#### **3.1.2 - ENZIMA**

Utilizou-se a enzima TERMAMYL 120L da NOVO NORDISK, uma enzima líquida contendo uma alfa-amilase notavelmente termoestável, produzida por uma cepa selecionada de *Bacillus licheniformis*. Esta enzima é uma endoamilase que hidrolisa encadeamentos 1,4-alfa-glicosídeos em amilose e amilopectina, decompondo rapidamente o amido em dextrinas e oligossacarídeos solúveis.

A TERMAMYL 120L é um produto de grau alimentício, com atividade declarada de 120 KNU/g.

#### **3.1.3 - MALTODEXTRINA PADRÃO (FLUKA)**

Utilizou-se a maltodextrina (Dextrin 10 from maize starch – FLUKA), produzida por hidrólise enzimática do amido de milho, contendo somente oligossacarídeos lineares; com mais de 99% de carboidratos; solubilidade de 40% a 20 °C; viscosidade de 100 cP ( 20°C, 40% ); pH de 3,3 ( 5g + 50 mL H<sub>2</sub>O deionizada ).

Também empregou-se, para efeito de comparação, uma maltodextrina ácida (DEXTRIN type I: From Corn - SIGMA).

#### **3.1.4 - ETANOL**

Foi utilizado o etanol fornecido pela NUCLEAR, de grau analítico p.a. Para a remoção de glicose de maltodextrina foram preparadas soluções a 90% (v/v).

#### **3.1.5 - REAGENTES ANALÍTICOS**

A glicose utilizada nas determinações da curva padrão, foi a do laboratório REAGEN, lote 831380.

Como estabilizador enzimático foi utilizado o cloreto de cálcio dihidratado ( $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), de grau analítico p.a., do laboratório REAGEN.

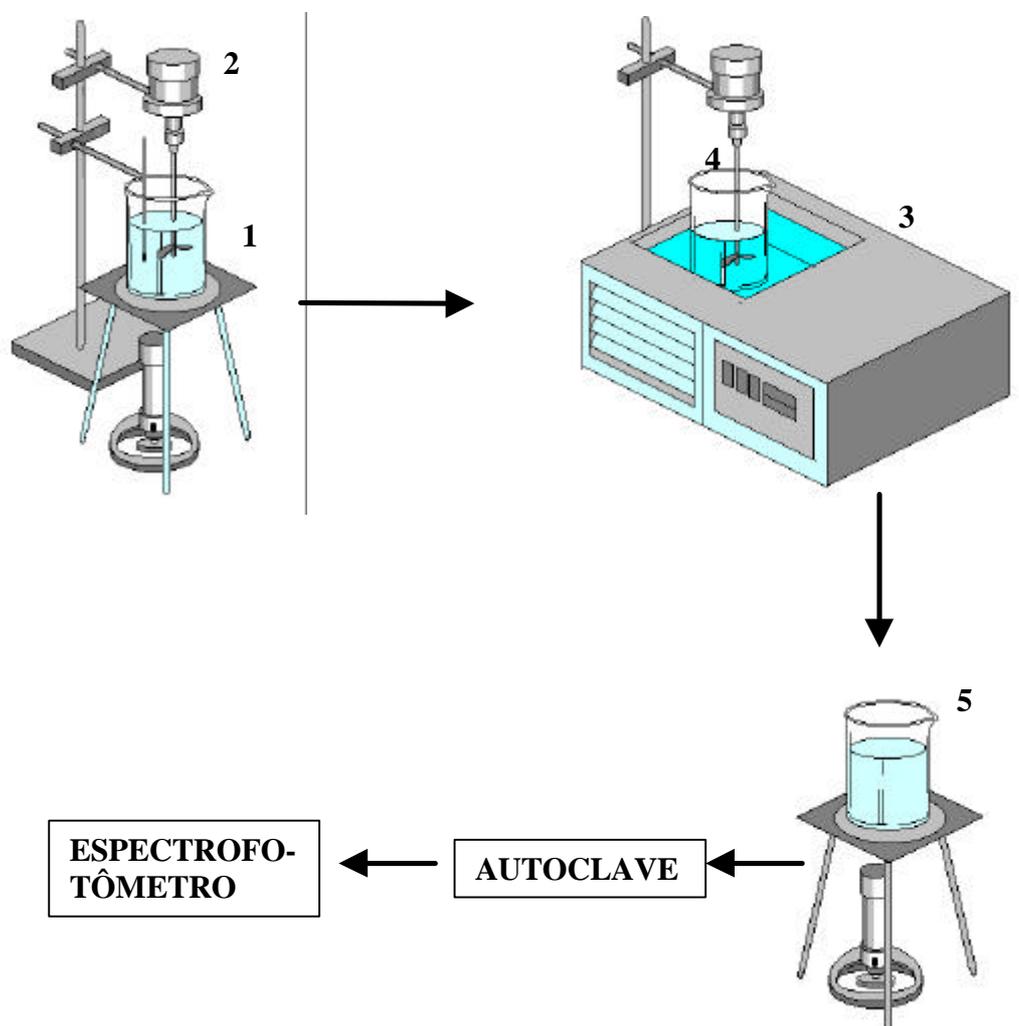
Na determinação enzimática de glicose foi utilizado o teste enzimático colorimétrico ( GOD PAP ) da Bio Diagnóstica Indústria Química Ltda., código BD 110-5 (5 x 250mL).

Todos os demais reagentes químicos utilizados foram de grau analítico p.a.

#### **3.1.6 - SISTEMA EXPERIMENTAL**

Foram utilizados quatro sistemas experimentais, um para a hidrólise do amido, um para a secagem da solução de maltodextrina e dois para a remoção de glicose, sendo um para a remoção contínua e outro para a remoção em batelada.

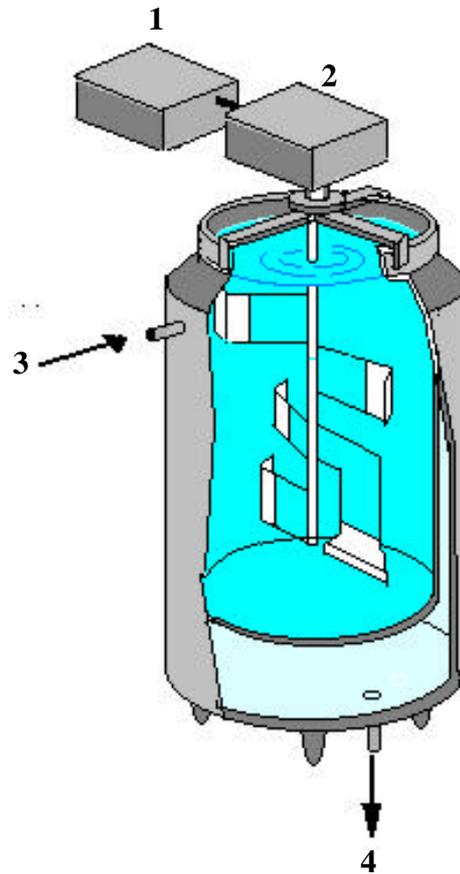
Para obter diferentes graus de hidrólise do amido e determinar a curva de dextrose equivalente em função do tempo de hidrólise, foi montado um sistema constituído por béquer de 500mL, agitador mecânico, termômetro, bico de bunsen, tela de amianto e suporte, e banho termostático. Na Figura 3.1 mostra-se o esquema desse sistema.



- 1 - Aquecimento
- 2 - Agitador mecânico
- 3 - Banho termostático
- 4 - Reator
- 5 - Inativação enzimática

Figura 3.1 - Módulo experimental para a produção de solução de maltodextrina (bancada)

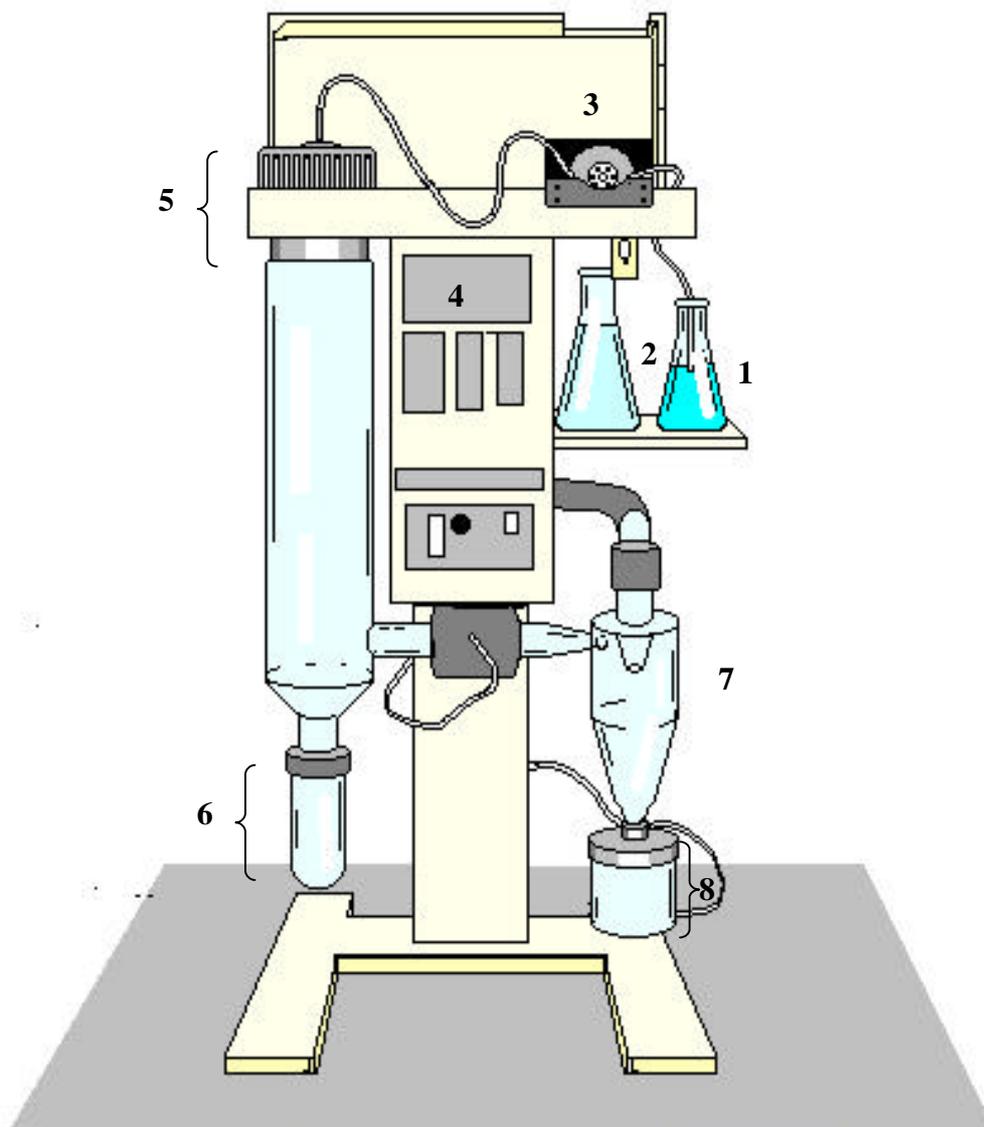
Devido à necessidade de um maior volume de solução de maltodextrina, disponível para a secagem em secador tipo spray, fez-se necessário a montagem de um sistema de maior volume. Nesse caso, utilizou-se um vaso em aço inox encamisado e um agitador mecânico de pás, ligados a uma linha de vapor. A Figura 3.2 ilustra este sistema experimental.



- 1 - Motor
- 2 - Redutor
- 3 - Entrada de vapor
- 4 - Saída de condensado

Figura 3.2 - Sistema para a hidrólise da fécula

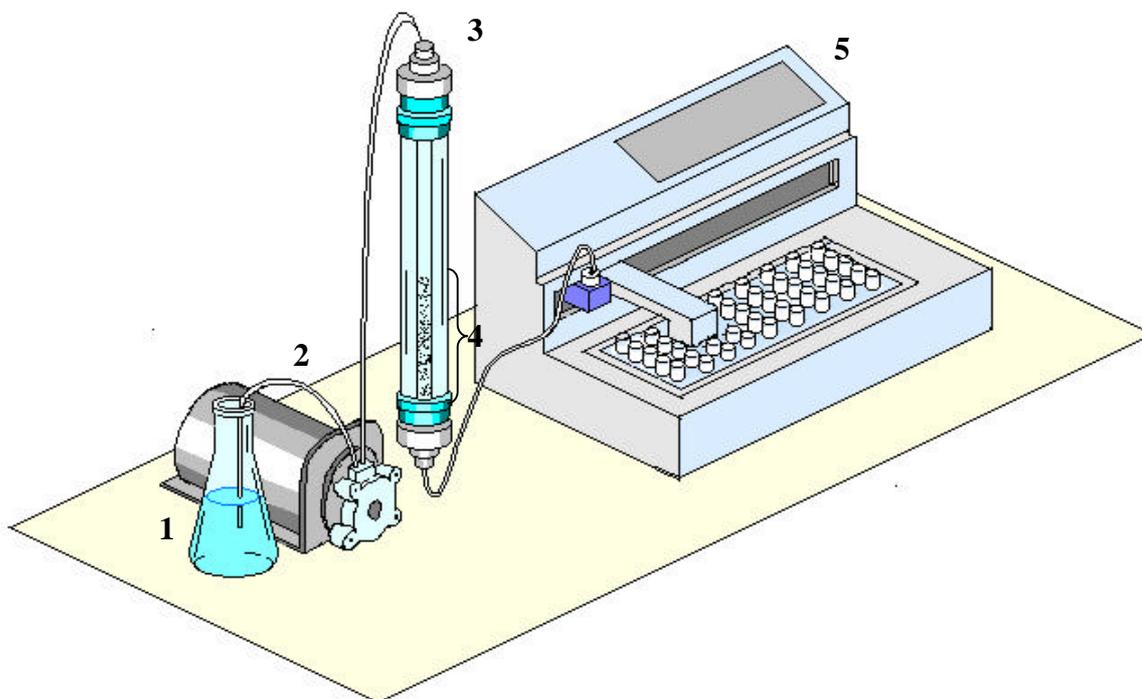
Na secagem da solução de amido hidrolisado (solução de maltodextrina), foi utilizado um SPRAY DRYER de bancada, marca BÜCHI, modelo B-191. A Figura 3.3 ilustra o esquema desse equipamento.



- 1 - Solução de maltodextrina 10% (p/v)
- 2 - Água deionizada
- 3 - Bomba peristáltica
- 4 - Painel de controle
- 5 - Atomizador
- 6 - Reservatório (sólidos de maior densidade)
- 7 - Ciclone
- 8 - Reservatório (sólidos de menor densidade)

Figura 3.3 - Spray dryer – BUCHI, modelo B – 191

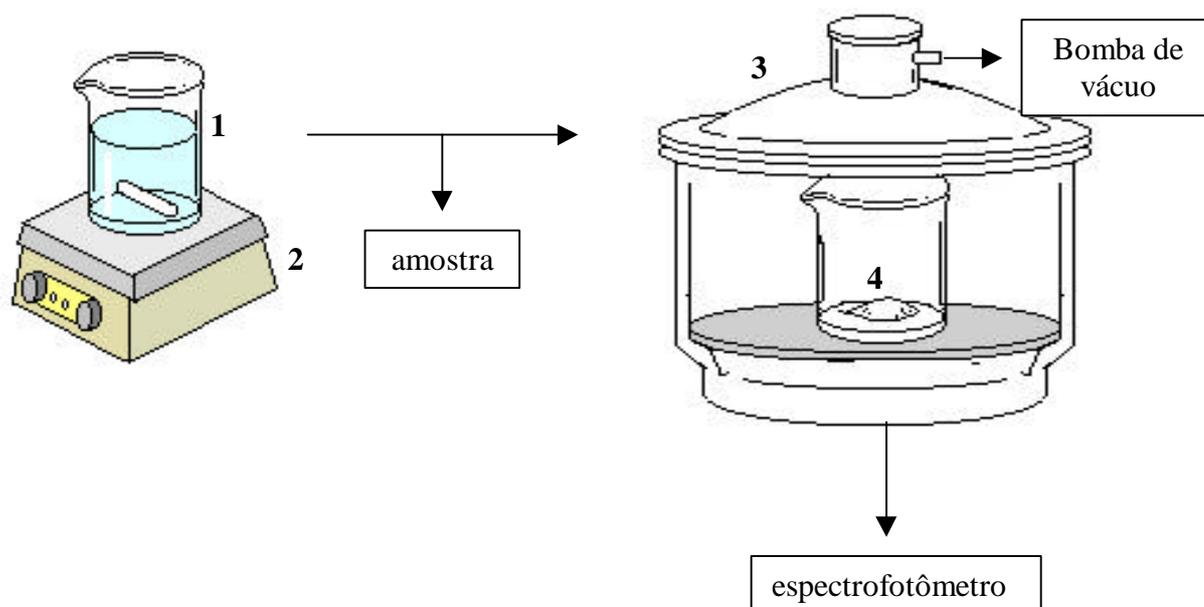
Para a remoção da glicose presente na maltodextrina fluka ou sigma foi utilizado um reservatório de etanol 90% (v/v), uma bomba peristáltica, uma coluna de vidro, filtros e um coletor de amostras. A Figura 3.4 ilustra este sistema.



- 1 - Reservatório de etanol 90% (v/v)
- 2 - Bomba peristáltica
- 3 - Coluna de remoção de glicose
- 4 - Maltodextrina FLUKA ou SIGMA
- 5 - Coletor de amostras

Figura 3.4 - Módulo experimental para a remoção da glicose em coluna

Para a remoção da glicose em batelada, utilizou-se um bequer com agitação magnética constante, um dessecador e uma bomba de vácuo. A Figura 3.5 ilustra o esquema desse sistema.



1 - Reator batelada

2 - Agitador magnético

3 - Dessecador

4 - Maltodextrina

Figura 3.5 - Módulo experimental de remoção da glicose em batelada

### 3.1.7 - EQUIPAMENTOS

Os equipamentos utilizados no desenvolvimento deste trabalho, foram:

- i) Autoclave SOC. FABBE LTDA, modelo 103;
- ii) Banho Termostático TECNAL, modelo TE – 184;
- iii) Bomba de Vácuo EDWARDS, modelo ED 50;
- iv) Câmera Fotográfica OLYMPUS, modelo C 35.
- v) Coletor de amostras ADVANTEC, SF – 2120;
- vi) Coluna de vidro
- vii) Dessecador PYROBRÁS, modelo grande com luva, tampa esmerilhada, junta 55/38’;
- viii) Espectrofotômetro SHIMADZU, modelo UV – 1203 ( 200 – 1100 nm );
- ix) Estufa Blue M, modelo G01305 A;

- x) Microscópio Ótico OLYMPUS, modelo CBAK;
- xi) Spray Dryer BÜCHI, modelo B-191;

## 3.2 - MÉTODOS

A seguir será apresentada a metodologia experimental, utilizada nas várias etapas do trabalho.

### 3.2.1 - DETERMINAÇÃO DE GLICOSE

As determinações da glicose presente nas amostras de maltodextrinas e nas soluções de etanol 90% (v/v) utilizados na remoção da glicose, foram realizadas utilizando-se o método enzimático colorimétrico GOD PAP ( TRINDER, 1969 ). Este método foi o selecionado por ser específico para a glicose, o que não ocorre com os métodos do DNS e SOMOGYI-NELSON (SOMOGYI, 1945), que determinam açúcares redutores.

#### 3.2.1.1 - PRINCÍPIO DO MÉTODO

A enzima glicose oxidase (GOD) catalisa a oxidação da glicose segundo a reação:



O peróxido de hidrogênio formado nesta reação, reage na presença de peroxidase (POD) com a 4-aminofenazona e com o 2,4-diclorofenol, formando a antipirilcloroquinonimina.

A quantidade de corante formado é proporcional à concentração de glicose presente na amostra.

### 3.2.1.2 - PREPARAÇÃO DA CURVA PADRÃO E ANÁLISE DAS AMOSTRAS

As concentrações de glicose presente nas amostras de maltodextrina e nas soluções de etanol 90% (v/v), eram calculadas utilizando-se uma curva de calibração, obtida por meio da determinação das absorvâncias de uma série de 21 concentrações padrão de glicose submetidas ao mesmo tratamento, no mesmo comprimento de onda e na faixa de concentração variando de 0 a 1,00 mg/mL.

As amostras de maltodextrina eram diluídas em água destilada na proporção de 1:20 para se adequarem à faixa de operação da curva padrão. As alíquotas da solução de etanol 90% (v/v), utilizadas na remoção de glicose, eram dosadas sem a necessidade da etapa de diluição.

Em tubos de ensaio colocava-se 0,1 mL da amostra, acrescentava-se 2mL do reagente GOD PAP, agitava-se em vortex e deixava-se as amostras em banho termostático a 37°C por 10 minutos. Eram adicionados 3mL de água destilada e agitado em vortex.

A absorvância correspondente a cada amostra era determinada em espectrofotômetro a 500nm, utilizando-se cubetas plásticas do tipo standard com 1cm de caminho óptico.

A calibração do zero era feita utilizando-se um teste em branco, preparado com 0,1mL de água destilada em substituição à alíquota da amostra.

A concentração de glicose presente em cada amostra, era calculada a partir da curva padrão de glicose.

### 3.2.2 - DETERMINAÇÃO DE AÇÚCARES REDUTORES (A.R.)

A determinação de açúcares redutores, expressos em glicose, contidos na solução de maltodextrina foi realizada utilizando-se o método de SOMOGYI-NELSON (SOMOGYI, 1945).

#### 3.2.2.1 - PRINCÍPIO DO MÉTODO

O grupo aldeído dos açúcares redutores reduz o íon cúprico a cuproso. O ácido arsenomolibdico reoxida o óxido cuproso formado e por sua vez é reduzido a uma mistura

de óxidos de molibdênio de cor azul. A cor desenvolvida é comparada com a de uma solução de glicose de concentração conhecida e submetida ao mesmo processo.

### **3.2.2.2 - PREPARAÇÃO DA CURVA PADRÃO E ANÁLISE DAS AMOSTRAS**

A porcentagem de açúcares redutores ( A. R. ) presente na solução de maltodextrina era calculada utilizando-se uma curva de calibração obtida por meio da determinação das absorvâncias de uma série de 21 concentrações padrão de glicose submetidas ao mesmo tratamento no mesmo comprimento de onda, e na faixa de concentração variando de 0 a 100 µg/mL.

As amostras obtidas nos ensaios de hidrólise da solução de amido eram diluídas com água destilada na proporção de 1 : 400 para se adequarem à faixa de operação da curva padrão. As amostras de maltodextrina em pó eram diluídas com água destilada na proporção de 1 : 1000.

Em tubos de ensaio contendo 1mL da amostra previamente diluída, acrescentava-se 1mL do reativo de Somogyi, fervia-se por 10 minutos, resfriava-se, acrescentava-se 1mL do reativo de Nelson e 7mL de água destilada, sendo em seguida agitados em vortex.

A absorvância correspondente a cada tubo era determinada em espectrofotômetro a 540nm, utilizando-se cubetas plásticas do tipo standard com 1 cm de caminho óptico.

A calibração do zero era feita utilizando-se um teste em branco, preparado com 1mL de água destilada em substituição à alíquota da amostra.

A concentração de açúcares redutores era calculada a partir da curva de calibração de glicose.

### **3.2.3 - DETERMINAÇÃO DA UMIDADE**

As umidades do amido de mandioca e das amostras de maltodextrina foram determinadas em estufa a  $105 \pm 5$  °C, até peso constante.

Pesava-se um cadinho tarado, colocava-se 1g de amostra, deixava-se em estufa a  $105 \pm 5$  °C por no mínimo 12h, resfriava-se em dessecador e pesava-se novamente.

Após obter peso constante, calculava-se a umidade por meio da equação 3.1.

$$f = \frac{P_2 - P_3}{P_2 - P_1} 100 \quad (3.1)$$

onde:  $P_1$  = Peso do cadinho vazio

$P_2$  = Peso do cadinho + amostra ( úmida )

$P_3$  = Peso do cadinho + amostra ( seca )

$\phi$  = umidade (%)

### **3.2.4 - PREPARAÇÃO DA SOLUÇÃO DE MALTODEXTRINA E DETERMINAÇÃO DA DEXTROSE EQUIVALENTE (D.E.)**

A metodologia de preparação da solução de amido liquêfeito (solução de maltodextrina) descrita nesta seção foi a que apresentou melhores características. Foram testadas várias concentrações de amido e volumes de enzima.

O teor de umidade do amido era determinado em estufa a  $105 \pm 5$  °C, até peso constante.

A solução de maltodextrina com concentração de 10 % p/v era obtida conforme apresentado a seguir:

1. pesava-se 25g de amido ( peso seco );
2. em um béquer de 500 mL colocava-se 187,5mL de água destilada; 0,0822g de  $\text{CaCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$  ( 70 ppm ), e ajustava-se o pH para 6,0 com NaOH 1N;
3. aquecia-se a solução em fogo brando até atingir 95 °C ;
4. adicionava-se ao béquer 0,075mL de solução estoque de  $\alpha$ -amilase TERMAMYL 120 L, simultaneamente com as 25g de amido de mandioca;
5. deixava-se hidrolisar a solução de amido em banho termostático ( 95°C ), sob agitação mecânica constante, por tempos variáveis conforme o grau de hidrólise desejado;
6. interrompia-se a hidrólise adicionando 0,5mL de HCl 1N, e submetia-se a solução à ebulição por 10 minutos, para inativar a enzima  $\alpha$ -amilase;

7. resfriava-se a solução de maltodextrina à temperatura ambiente, e completava-se o volume para 250mL em balão volumétrico;
8. corrigia-se o pH para 6,0 com NaOH 1N;
9. esterilizava-se a solução em autoclave por 20 minutos a 120°C, 1kg/cm<sup>2</sup>.
10. após a esterilização, retirava-se uma alíquota da solução de amido, a fim de determinar o teor de açúcares redutores e calcular a dextrose equivalente (D.E.).

Para a determinação da dextrose equivalente (D.E.), eram retiradas alíquotas de 1mL da solução de maltodextrina e conforme metodologia descrita no item 3.2.2, determinava-se o teor de açúcares redutores (A.R.), expressos em glicose. A D.E. era resultante da concentração dos açúcares em relação ao percentual de amido em solução. A D.E. era calculada por meio da equação 3.2:

$$DE = \frac{AR(\%)}{SS(\%)} 100 \quad (3.2)$$

onde,

D.E. - dextrose equivalente

A.R. - açúcares redutores

S.S. - substância seca

### **3.2.5 - SECAGEM DA SOLUÇÃO DE MALTODEXTRINA**

A solução de amido liqüefeito (solução de maltodextrina) foi secada utilizando-se o processo de secagem em secador tipo spray.

#### **3.2.5.1 - PRINCÍPIO DO MÉTODO**

A secagem em secador tipo spray consiste em extrair a umidade de uma pasta ou solução finamente pulverizada, pondo-a em contato com o ar quente. Devido ao pequeno tamanho das gotículas pulverizadas desenvolve-se uma relação área /volume grande, o que permite atingir alta transferência de calor e de massa, reduzindo, conseqüentemente, os

tempos de secagem. Isto é especialmente importante em produtos sensíveis a altas temperaturas, como é o caso da maltodextrina.

O processo de secagem em secador spray se realiza em três etapas:

1. Atomização da solução em forma de névoa (spray).
2. Contato com ar quente e evaporação.
3. Separação do produto seco.

A atomização pode ser feita por três mecanismos diferentes: atomizadores por pressão, pneumáticos e de discos. Neste trabalho utilizou-se a atomização por pressão.

A solução de maltodextrina é atomizada sob alta pressão, na forma de pequenas gotículas que vão compor a suspensão nebulizada.

O contato do ar aquecido ocorre à medida que a névoa é formada pela atomização da suspensão juntamente com a sucção promovida pelo sistema de exaustão.

A evaporação ocorre em dois estágios. No primeiro, a água que se difunde do interior da gotícula em direção à sua superfície mantém esta última saturada. Quando a umidade torna-se insuficiente para manter as condições de saturação, atinge um ponto crítico caracterizado pelo aparecimento de uma camada sólida na superfície da gotícula. No segundo estágio, a evaporação depende da taxa de difusão da água através desta crosta formada. A espessura da crosta aumenta com o tempo, causando a diminuição da taxa de evaporação até o término da secagem.

### **3.2.5.2 - SECAGEM EM SECADOR TIPO SPRAY**

A secagem da maltodextrina foi realizada em um secador tipo spray de bancada operando sob as seguintes condições:

- i) temperatura de entrada da solução de maltodextrina = 10°C
- ii) temperatura do ar de secagem = 156°C
- iii) vazão de alimentação da solução = 360mL/h
- iv) vazão do ar comprimido = 700 lpm ( litros por minuto )
- v) pressão do ar comprimido = 4,5 kgf/cm<sup>2</sup>
- vi) temperatura de saída dos gases = 97°C

- vii) tempo médio de residência das partículas = 0,5s
- viii) temperatura da maltodextrina no final do processo = 46°C

Após a secagem, foi obtida uma maltodextrina com um teor de umidade de 2,56%, determinada em estufa a  $105 \pm 5$  °C, até peso constante.

### **3.2.6 - DETERMINAÇÃO DO DIÂMETRO MÉDIO DAS PARTÍCULAS DA MALTODEXTRINA**

Com a finalidade de obter-se alíquotas representativas dos grânulos de maltodextrina, utilizou-se o processo do cone e divisão em quatro. Amontou-se a maltodextrina em cone e pressionou-se o ápice com uma lâmina de vidro, dividiu-se o monte achatado em quatro partes iguais. Recolheu-se dois quartos opostos desprezando-se os outros dois. Colocou-se dois quartos recolhidos e devidamente misturados sobre uma folha de papel, elevou-se alternadamente os lados opostos do papel para que os grânulos de maltodextrina rolassem de um lado para outro várias vezes. Dividiu-se novamente em quatro e retirou-se as amostras de duas partes opostas (OHLWEILER, 1974).

A determinação do diâmetro médio externo das partículas foi realizada com a utilização de uma câmera fotográfica e um exposímetro, acoplados a um microscópio ótico.

As partículas de maltodextrina foram fotografadas em uma lâmina com escala. O ensaio foi conduzido com o microscópio ajustado em um aumento de 40 vezes. As fotografias foram tiradas com a câmera ajustada para um tempo de exposição de 0,25s. Foi utilizado um filme FUJI (ASA 100).

### **3.2.7 - REMOÇÃO DE GLICOSE DA MALTODEXTRINA**

#### **3.2.7.1 - REMOÇÃO DA GLICOSE DE MALTODEXTRINA EM COLUNA**

Recheava-se uma coluna de vidro, com 4g de maltodextrina (peso seco). Fazia-se passar pela coluna uma solução de etanol 90% (v/v), a uma vazão de 1mL/min, em ensaios em fluxo descendente (leito fixo) e fluxo ascendente (leito fluidizado). As amostras eram coletadas a cada 2 minutos por meio de um coletor de amostras. De cada tubo de coleta,

era retirada uma alíquota de 0,1mL da solução composta basicamente de etanol 90% (v/v) e glicose, a qual era submetida ao teste enzimático colorimétrico GOD PAP, segundo metodologia descrita no item 3.2.1. Foram utilizadas as maltodextrinas FLUKA, SIGMA e a produzida neste trabalho. Também foram testadas vazões de 0,1; 0,75 e 2,0 mL/min.

### **3.2.7.2 - REMOÇÃO DE GLICOSE DE MALTODEXTRINA EM BATELADA**

Em um béquer colocava-se 4g de maltodextrina (peso seco), acrescentava-se 100mL de solução de etanol 90% (v/v), cobria-se com um filme plástico e agitava-se continuamente por 3h. A solução de maltodextrina e etanol era deixada em repouso durante 24h para decantar. Retirava-se o sobrenadante, composto basicamente de etanol e glicose, e repunha-se o volume com etanol 90% (v/v). Era retirada uma alíquota de 0,1mL do sobrenadante, a qual era submetida ao teste enzimático colorimétrico GOD PAP, segundo metodologia descrita no item 3.2.1. A maltodextrina era novamente agitada por 3h e decantada por 24h. Este procedimento foi repetido até obter-se a leitura de absorvância próxima de zero, quando da análise espectrofotométrica do sobrenadante. Foram utilizadas as maltodextrinas FLUKA e as produzidas pela metodologia descrita no item 3.2.4.

Após a remoção da glicose, tanto em coluna como em batelada, a maltodextrina era submetida à secagem a vácuo (25 in Hg) durante 72h.

## 4 – RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo serão apresentados e discutidos os resultados dos experimentos realizados, de acordo com a metodologia descrita no capítulo 3.

### 4.1 - CURVA PADRÃO DE GLICOSE

#### 4.1.1 - MÉTODO GOD PAP

Os dados apresentados na Tabela 4.1 e Figura 4.1 são referentes a exemplos da curva de calibração utilizada para a determinação de glicose nas amostras de maltodextrina. A curva padrão foi obtida de acordo com a metodologia descrita no item 3.2.1.

Tabela 4.1 - Absorvâncias (Abs) referentes a concentrações conhecidas de glicose (Cg), determinadas pelo método enzimático colorimétrico GOD PAP

Cg (mg/mL)	Abs (500 nm)	Cg (mg/mL)	Abs (500 nm)
0,000	0,000	0,550	0,373
0,050	0,038	0,600	0,402
0,100	0,068	0,650	0,440
0,150	0,104	0,700	0,471
0,200	0,137	0,750	0,509
0,250	0,168	0,800	0,547
0,300	0,207	0,850	0,574
0,350	0,244	0,900	0,600
0,400	0,276	0,950	0,643
0,450	0,310	1,000	0,674
0,500	0,343	-----	-----

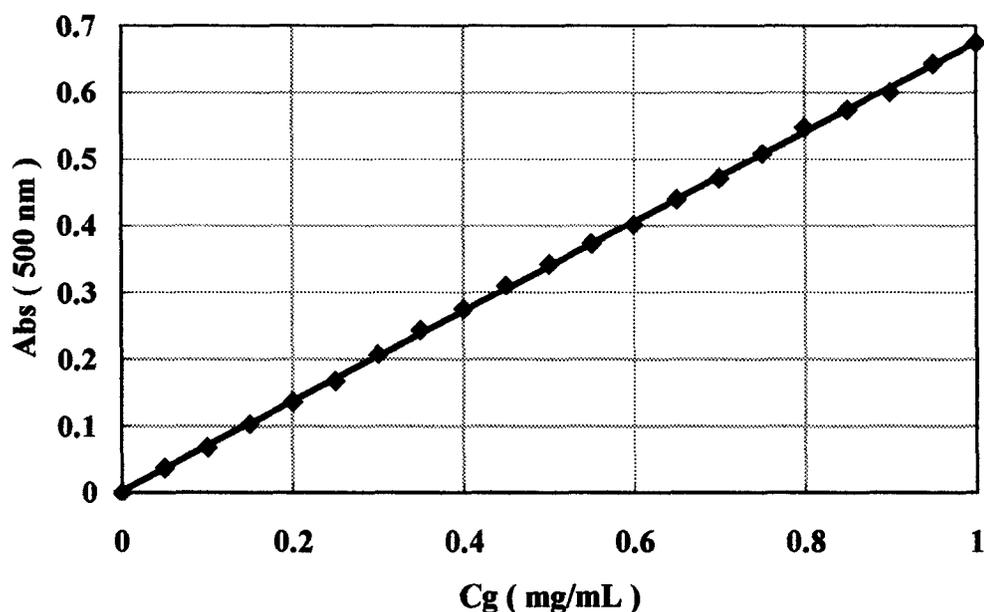


Figura 4.1 - Curva padrão de glicose obtida pelo método enzimático colorimétrico GOD PAP

(Abs = Absorvância; Cg = concentração de glicose)

Por meio de regressão linear entre a absorvância (Abs) e a concentração conhecida de glicose (Cg), obteve-se a equação 4.1, que permite o cálculo da concentração de glicose presente na amostra de maltodextrina.

$$\text{Abs} = 0,0036 + 0,6716 \text{Cg}, \quad r = 0,9998 \quad (4.1)$$

Pode-se observar no Anexo 8.1 que o método GOD-PAP não detecta a maltose. Também realizou-se uma curva padrão de glicose em etanol, tendo-se verificado que os valores das absorvâncias determinados diferem daqueles obtidos em relação à água, em média da ordem de 7,6%. Por isto todas as determinações realizadas neste trabalho foram calculadas com a curva padrão obtida em relação à água.

#### 4.1.2 - MÉTODO DE SOMOGYI-NELSON

Os dados mostrados na Tabela 4.2 e Figura 4.2 exemplificam uma das curvas de calibração utilizadas na determinação de açúcares redutores (A.R.), expressos em glicose, contidos nas amostras de maltodextrina. A curva padrão foi obtida de acordo com a metodologia descrita no item 3.2.2.

Tabela 4.2 - Absorvâncias (Abs) referentes a concentrações conhecidas de glicose (Cg) determinadas pelo método de SOMOGYI-NELSON

Cg ( $\mu\text{g/mL}$ )	Abs (540 nm)	Cg ( $\mu\text{g/mL}$ )	Abs (540 nm)
0	0,000	55	0,304
5	0,023	60	0,327
10	0,049	65	0,338
15	0,080	70	0,362
20	0,109	75	0,393
25	0,135	80	0,450
30	0,159	85	0,467
35	0,180	90	0,500
40	0,201	95	0,542
45	0,254	100	0,575
50	0,267	-----	-----

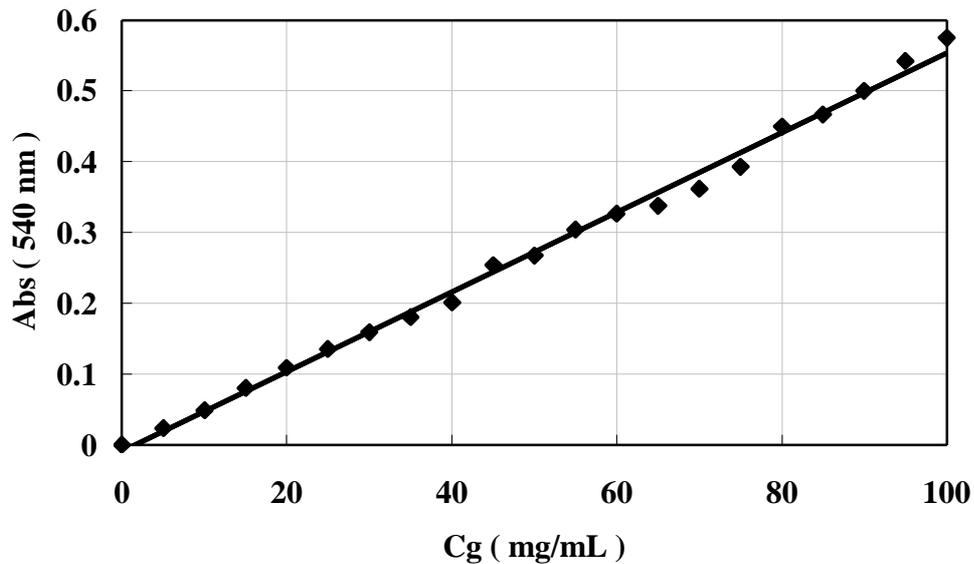


Figura 4.2 - Curva padrão de glicose obtida pelo método SOMOGYI-NELSON

(Abs = Absorvância; Cg = concentração de glicose)

Por meio de regressão linear entre a absorvância (Abs) e a concentração conhecida de glicose ( Cg ), obteve-se a equação 4.2, que permite a determinação da concentração de A.R. nas amostras de maltodextrina.

$$\text{Abs} = -0,0092 + 0,0056 \text{ Cg}, \quad r = 0,9978 \quad (4.2)$$

#### 4.2 - PREPARAÇÃO DAS SOLUÇÕES DE MALTODEXTRINA COM DIFERENTES GRAUS DE HIDRÓLISE

Maltodextrinas são produtos da hidrólise do amido, controlada para apresentar um valor de D.E. abaixo de 20. Quanto maior o valor da dextrose equivalente, maior a extensão da hidrólise do amido.

Este conjunto de ensaios foi realizado com o objetivo de conhecer o comportamento da D.E. em função da variação dos tempos de hidrólise, afim de determinar-se o percentual de oligossacarídeos presentes na solução de maltodextrina em função do teor de glicose da solução. Os ensaios foram realizados de acordo com a metodologia descrita no item 3.2.4.

#### 4.2.1 - RESULTADOS EXPERIMENTAIS

A Tabela 4.3 e a Figura 4.3 demonstram o comportamento da concentração de substrato, expresso em D.E., em função do tempo de hidrólise da solução de amido com a enzima  $\alpha$ -amilase. Estes resultados representam a média de quatro ensaios

Tabela 4.3 - Dextrose Equivalente (D.E.) em função dos tempos de hidrólise (min)

Tempo (min)	D.E.	Tempo (min)	D.E.
0	0	20	9,05
2	2,01	25	10,19
5	2,87	30	11,76
10	4,44	35	14,4
15	5,84	-----	-----

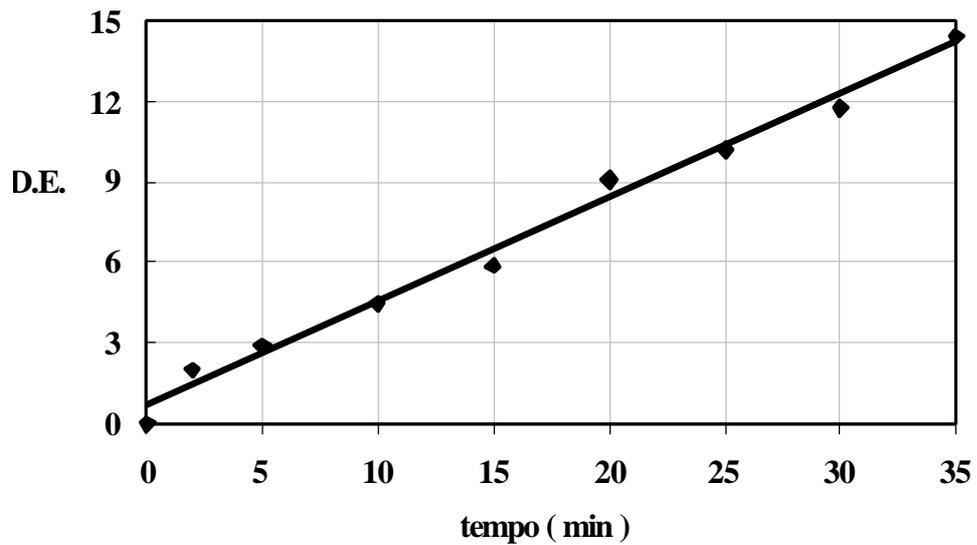


Figura 4.3 - Concentração de dextrose equivalente (D.E.) em função do tempo de hidrólise

Por meio de regressão linear entre a dextrose equivalente (D.E.) e o tempo de hidrólise ( t ) obteve-se a equação 4.3.

$$D.E. = 0,6426 + 0,3858 t , \quad r = 0,9948 \quad (4.3)$$

#### 4.2.2 - DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

A observação da Figura 4.3 mostra que há uma função linear entre o tempo de hidrólise e a D.E. obtida. Estes resultados diferem dos obtidos por LIMA (1996) e LIMA et al. (1998), que preparou soluções de amido liqüefeito a partir de uma solução de amido com concentração a 10% p/v. Isto deve-se ao fato de se ter utilizado neste trabalho uma menor quantidade de enzima  $\alpha$ -amilase, uma vez que desejava-se obter um menor valor de D.E. Como a velocidade da reação era menor, conseguia-se um melhor controle do tempo de hidrólise.

A quantificação mais precisa dos oligossacarídeos produzidos e do teor de açúcares redutores presentes na solução de maltodextrina deveria ser realizada por HPLC.

#### 4.3 - DEXTROSE EQUIVALENTE DAS SOLUÇÕES DE MALTODEXTRINA

A determinação dos valores de dextrose equivalente (D.E.) das soluções de maltodextrina foi realizada de acordo com a metodologia descrita no item 3.2.4, preparando-se as soluções de maltodextrina com uma diluição de 1:1000. Os valores determinados são apresentados na Tabela 4.4. Como maltodextrina padrão utilizou-se a maltodextrina produzida pela FLUKA.

A maltodextrina experimental foi produzida a partir de uma solução de amido de mandioca a 10% p/v, liqüefeito com a enzima  $\alpha$ -amilase, e com um tempo de hidrólise de 35 minutos.

Também utilizou-se uma maltodextrina produzida por meio de hidrólise ácida (SIGMA).

A D.E. da solução foi calculada pela equação 3.2.

Tabela 4.4 - Dextrose equivalente (D.E.) e teor de glicose das amostras de maltodextrina

Maltodextrina	D.E.	Glicose presente (mg/g de maltodextrina)
FLUKA	8,55	6,74
SIGMA	3,34	8,86
Experimental	13,71	9,96

Pode-se observar pela Tabela 4.4 que não é mantida uma relação de proporção direta entre o teor de glicose e a dextrose equivalente. Isto ocorre devido à variação no perfil de carboidratos, descrita no item 2.3.2.

#### 4.4 - DIÂMETRO MÉDIO DE PARTÍCULAS

A determinação do diâmetro médio das partículas de maltodextrina foi realizada de acordo com a metodologia descrita no item 3.2.6. Os valores obtidos são apresentados na Tabela 4.5.

Tabela 4.5 - Diâmetro médio das partículas de maltodextrina

Maltodextrina	Diâmetro médio de partículas ( $\mu$ )
FLUKA	30
SIGMA	7,5
Experimental	2,5

Nas Figuras 4.4, 4.5 e 4.6, mostra-se a fotomicrografia das partículas de maltodextrina (FLUKA, SIGMA e experimental).

Observa-se na Figura 4.4 que as partículas da maltodextrina FLUKA apresentam forma irregular, enquanto aquelas obtidas a partir da liqüefação do amido de mandioca e submetidas à secagem em secador tipo spray são esféricas (Figura 4.6). Também as partículas da maltodextrina produzida por hidrólise ácida (SIGMA) apresentam uma forma, aproximadamente, esférica. Esta diferença entre as formas, provavelmente está associada ao método de secagem empregado no processo de fabricação.

Estas figuras foram ajustadas graficamente para fins ilustrativos, não mantendo portanto uma proporção entre a escala de ampliação.

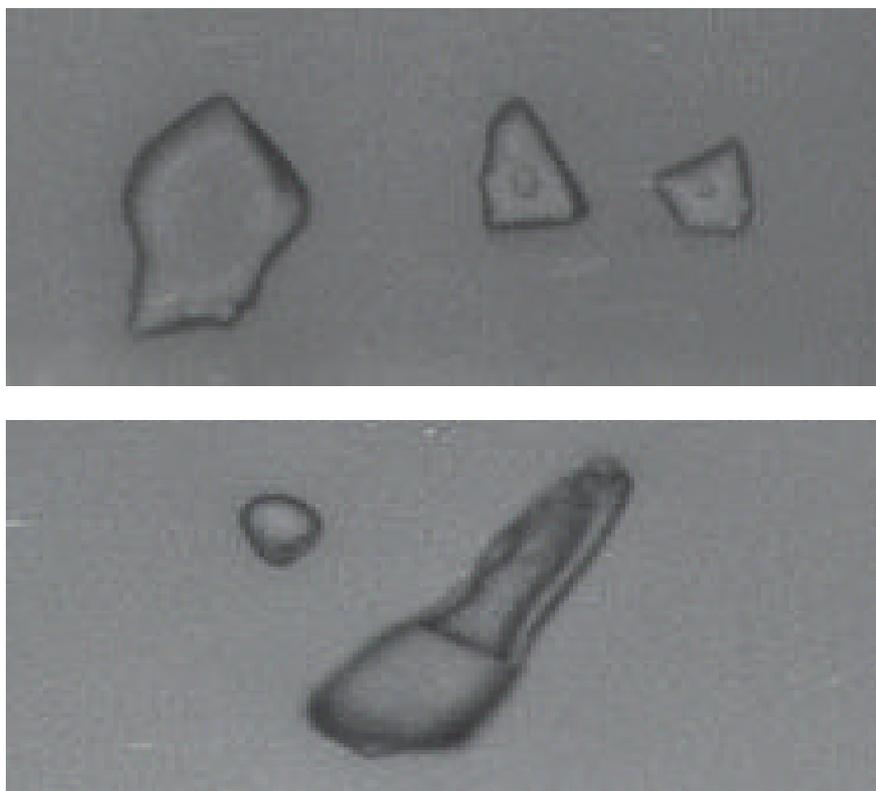


Figura 4.4 - Partículas de maltodextrina FLUKA

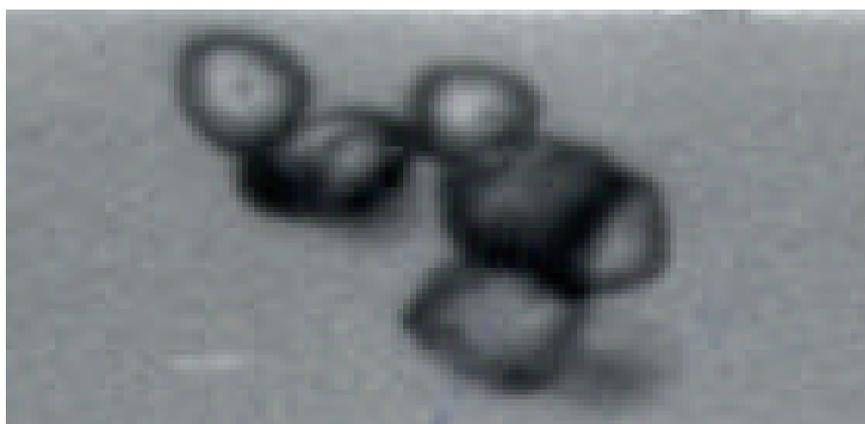


Figura 4.5 - Partículas de maltodextrina SIGMA

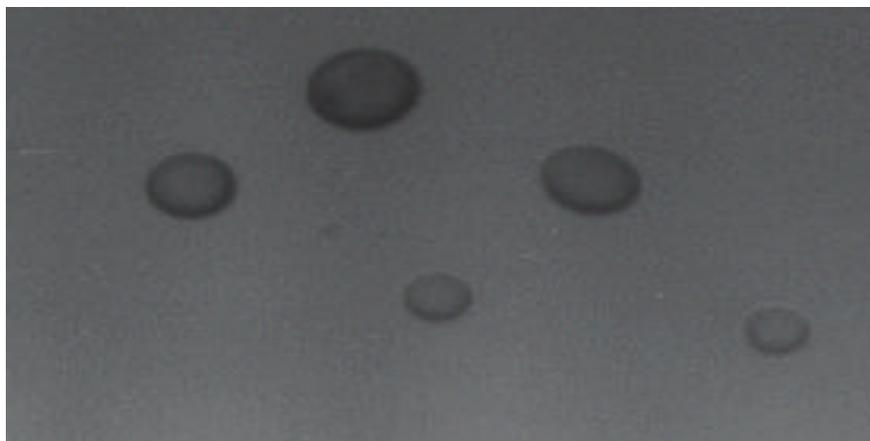


Figura 4.6 - Partículas de maltodextrina experimental

#### 4.5 - UMIDADE DA MALTODEXTRINA

A determinação da umidade da maltodextrina em pó (FLUKA, SIGMA e experimental) foi realizada em estufa, de acordo com a metodologia descrita no item 3.2.3. Os valores obtidos são apresentados na Tabela 4.6.

Tabela 4.6 - Umidade das amostras de maltodextrina

Amostra	Umidade ( % )
FLUKA	6,66
SIGMA	4,30
Experimental	2,56

Observa-se na Tabela 4.6 que o teor de umidade da maltodextrina produzida de acordo com a metodologia utilizada neste trabalho, é bem menor que aquela adquirida da FLUKA e da SIGMA. Isto deve-se, provavelmente, às condições de secagem empregadas, bem como ao menor tamanho das partículas produzidas no atomizador do secador.

## **4.6 - REMOÇÃO DE GLICOSE EM COLUNA**

### **4.6.1 - RESULTADOS EXPERIMENTAIS**

Segundo Suzuki et al. ( 1975 ) referenciado por SZEJTLI ( 1982 ), a glicose pode ser removida de um hidrolisado do amido, por meio de lixiviação do pó seco, com etanol 90% (v/v), como já apresentado no item 2.4.

Neste trabalho foram experimentados métodos de remoção de glicose em coluna de leito fixo e fluidizada, empregando-se diferentes vazões e concentrações de etanol. A metodologia que apresentou o melhor resultado foi a descrita no item 3.2.6.1. Utilizaram-se, para efeito de comparação, maltodextrina FLUKA e SIGMA.

A Tabela 4.7 e a Figura 4.7 mostram os valores médios obtidos nas corridas realizadas nesta etapa do trabalho, com a maltodextrina FLUKA em coluna de leito fixo. Na Tabela 4.8 e Figura 4.8 são mostrados os resultados obtidos em coluna com fluxo ascendente (leito fluidizado).

Para comparação, também utilizou-se uma maltodextrina produzida por hidrólise ácida (SIGMA), sendo a glicose removida em coluna de leito fixo. Os resultados obtidos são apresentados na Tabela 4.9 e Figura 4.9.

### **4.6.2 - DISCUSSÃO DOS RESULTADOS**

Os ensaios realizados com concentrações de etanol p.a. a 70 e 80% (v/v) mostraram não ser possível a remoção da glicose em coluna, pois em apenas 10 minutos o distribuidor de fluxo da coluna ficava completamente obstruído, mesmo aumentando-se a pressão da bomba. Como a solução tornava-se muito viscosa não foi possível coletar-se amostras para a determinação da glicose.

Também foram realizados testes com vazões de etanol a 90% (v/v), em coluna de leito fixo, nos valores de: 0,1; 0,75; 1,0 e 2,0 mL/min. Com as vazões de 0,1 e 0,75 mL/min a remoção de glicose era muito lenta, o que empregaria um grande tempo de processamento e volume de etanol. A vazão de 2mL/min demonstrou ser muito alta para uma eficiente remoção da glicose, por isso adotou-se a vazão de 1,0 mL/min por apresentar uma boa condição de operação experimental.

A maltodextrina FLUKA apresentava um teor de glicose igual a 6,74mg/g de maltodextrina (Tabela 4.4), sendo que após 19 horas de processamento com etanol a 90% (v/v) restavam ainda 2,85 mg de glicose/g de maltodextrina seca, após a extração em coluna. Este resultado representa uma remoção de 57,7% da glicose inicialmente presente na maltodextrina. Pode-se notar na Figura 4.7 que a maior parte da glicose é removida nas 4h iniciais do processo, atingindo 25,44 mg de glicose.

Pode-se observar na Tabela 4.7 que as amostras foram coletadas durante, aproximadamente, 19 h. Nesse tempo foram recolhidas 580 amostras para se determinar a glicose, o que consumiria da ordem de 1,5 L de reagente GOD PAP, além de demandar um tempo muito longo para a realização das análises. Portanto, com a finalidade de reduzir o tempo e o consumo de reagente, determinou-se a glicose presente nas amostras de forma alternada até 4h 30 min, e depois foram analisadas as amostras coletadas a cada 3 horas.

O cálculo da quantidade de glicose removida foi realizado determinando-se a média aritmética entre as concentrações de glicose coletadas a cada 4 minutos, multiplicada pelo volume coletado no período (2 mL). Dessa forma obteve-se um valor removido de 38,94 mg o que é superior ao total de glicose inicialmente presente na maltodextrina (26,96 mg).

O ensaio realizado com a maltodextrina produzida por meio de hidrólise ácida (SIGMA) apresentou comportamento semelhante ao da maltodextrina FLUKA. O teor de glicose inicialmente presente na maltodextrina era igual a 8,86 mg glicose/g maltodextrina, (Tabela 4.4) havendo, portanto, na coluna 35,44 mg glicose para serem removidas (Tabela 4.8).

Os resultados superiores obtidos para a remoção de glicose podem estar associados a erros experimentais ocorridos durante a análise com GOD PAP. As amostras deveriam ser todas analisadas por HPLC.

Tabela 4.7 - Concentração de glicose removida em função do tempo para maltodextrina FLUKA com solução de etanol 90% (v/v), 1 mL/min (Coluna em leito fixo)

Tempo (min)	Cg (mg/mL)	Tempo (min)	Cg (mg/mL)	Tempo (min)	Cg (mg/mL)
0	0,0000	96	0,0996	192	0,0769
4	0,0599	100	0,0959	196	0,0780
8	0,1227	104	0,0978	200	0,0744
12	0,1301	108	0,0966	204	0,0729
16	0,1997	112	0,0936	208	0,0731
20	0,2352	116	0,0892	212	0,0720
24	0,2207	120	0,0877	216	0,0714
28	0,2006	124	0,0901	220	0,0713
32	0,1504	128	0,0898	224	0,0710
36	0,1301	132	0,0896	228	0,0690
40	0,1200	136	0,0927	232	0,0670
44	0,1222	140	0,0923	236	0,0658
48	0,1167	144	0,0889	240	0,0640
52	0,1226	148	0,0922	244	0,0627
56	0,1178	152	0,0917	248	0,0626
60	0,1126	156	0,0900	252	0,0531
64	0,1170	160	0,0899	256	0,0480
68	0,1127	164	0,0885	260	0,0470
72	0,1039	168	0,0931	440	0,0297
76	0,1042	172	0,0922	620	0,0160
80	0,0999	176	0,0869	800	0,0060
84	0,0996	180	0,0849	980	0,0020
88	0,0992	184	0,0830	1160	0,0000
92	0,0994	188	0,0796	-----	-----

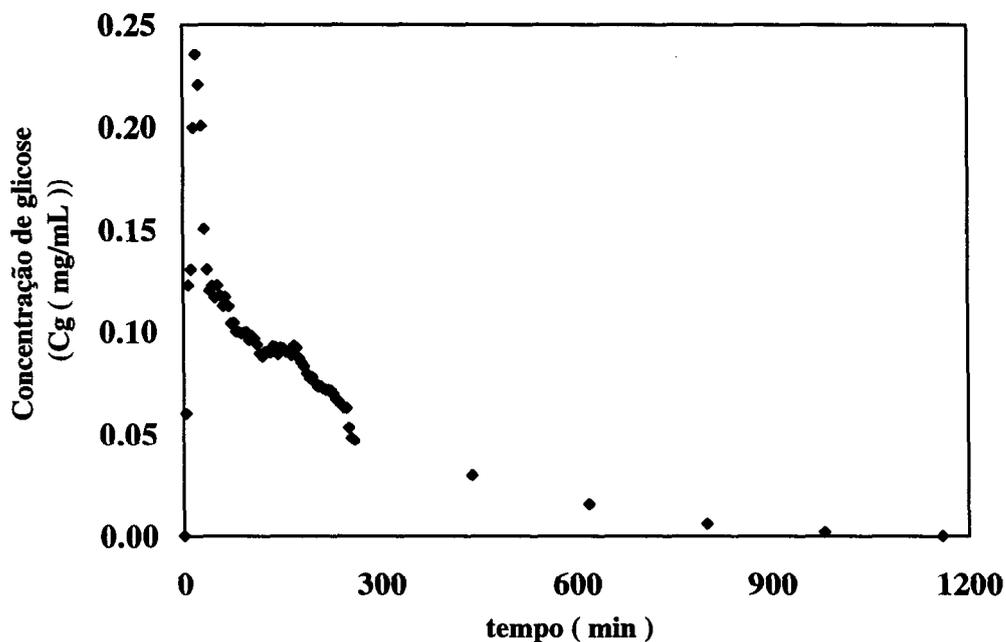


Figura 4.7 - Remoção de glicose da maltodextrina FLUKA com solução de etanol 90% (v/v) 1mL/min, em coluna de leito fixo

A análise da Tabela 4.8 e Figura 4.8 (maltodextrina SIGMA) mostra que, também neste caso, aproximadamente 50% da glicose foi removida em 240 minutos. O cálculo da glicose removida, para este ensaio resulta em 51,4 mg de glicose, o que é inconsistente com o valor inicialmente presente.

A determinação do teor de glicose na maltodextrina SIGMA seca, após o tratamento com etanol, mostra que restaram 2,36 mg/g maltodextrina seca, o que representa uma remoção de 73,4% da glicose inicialmente presente.

O cálculo da glicose total removida quando se utiliza a curva padrão em presença do etanol (Eq. 8.1), conduz a 6,59 mg/mL para a maltodextrina FLUKA e 7,14 mg/mL para a maltodextrina SIGMA. Observa-se que isto ainda não explica a discrepância existente entre a glicose presente na amostra e a removida.

Tabela 4.8 - Concentração de glicose removida em função do tempo para a maltodextrina SIGMA com solução de etanol 90% (v/v) 1mL/min. (Coluna em leito fixo)

Tempo (min)	Cg (mg/mL)	Tempo (min)	Cg (mg/mL)	Tempo (min)	Cg (mg/mL)
0	0,0000	108	0,0970	216	0,0730
4	0,0640	112	0,0990	220	0,0710
8	0,1350	116	0,0960	224	0,0680
12	0,1330	120	0,0940	228	0,0680
16	0,2200	124	0,0940	232	0,0660
20	0,2300	128	0,0920	236	0,0660
24	0,2150	132	0,0920	240	0,0660
28	0,1900	136	0,0940	270	0,0660
32	0,1700	140	0,0890	300	0,0680
36	0,1510	144	0,0900	330	0,0630
40	0,1470	148	0,0920	360	0,0630
44	0,1330	152	0,0900	390	0,0540
48	0,1280	156	0,0900	420	0,0490
52	0,1270	160	0,0890	450	0,0440
56	0,1350	164	0,0960	480	0,0390
60	0,1210	168	0,0890	510	0,0330
64	0,1150	172	0,0870	540	0,0300
68	0,1180	176	0,0870	570	0,0300
72	0,1110	180	0,0850	600	0,0300
76	0,1080	184	0,0850	630	0,0300
80	0,1080	188	0,0830	810	0,0200
84	0,1080	192	0,0800	990	0,0150
88	0,0990	196	0,0830	1170	0,0020
92	0,1010	200	0,0770	1320	0,0000
96	0,1020	204	0,0780	----	---
100	0,1020	208	0,0750	----	---
104	0,1010	212	0,0730	----	---

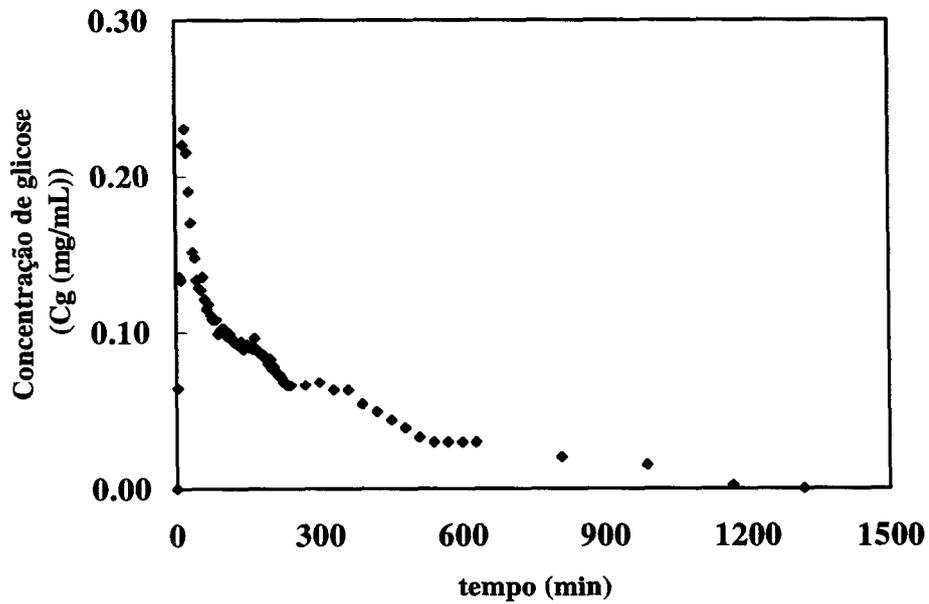


Figura 4.8 - Remoção de glicose da maltodextrina SIGMA com solução de etanol 90% (v/v) 1mL/min em coluna de leito fixo

A maltodextrina FLUKA também foi testada em coluna de fluxo ascendente (leito fluidizado), com uma vazão de 1mL/min. Neste caso, a remoção da glicose inicialmente presente foi de apenas 7,2% (Tabela 4.9 e Figura 4.9).

Tabela 4.9 - Concentração de glicose removida em função do tempo para a maltodextrina FLUKA com solução de etanol 90% (v/v) 1mL/min. (Coluna em leite fluidizado)

Tempo (min)	Cg (mg/mL)	Tempo (min)	Cg (mg/mL)	Tempo (min)	Cg (mg/mL)
0	0,0000	84	0,0008	168	0,0000
4	0,1829	88	0,0008	172	0,0000
8	0,0625	92	0,0023	176	0,0000
12	0,0502	96	0,0000	180	0,0000
16	0,0332	100	0,0000	184	0,0054
20	0,0255	104	0,0000	188	0,0000
24	0,0208	108	0,0000	192	0,0023
28	0,0162	112	0,0000	196	0,0000
32	0,0162	116	0,0000	200	0,0008
36	0,0023	120	0,0000	204	0,0023
40	0,0054	124	0,0000	208	0,0038
44	0,0054	128	0,0000	212	0,0023
48	0,0054	132	0,0000	216	0,0000
52	0,0116	136	0,0000	220	0,0008
56	0,0007	140	0,0000	224	0,0008
60	0,0023	144	0,0038	228	0,0008
64	0,0000	148	0,0000	232	0,0000
68	0,0039	152	0,0008	236	0,0023
72	0,0008	156	0,0008	240	0,0023
76	0,0000	160	0,0000	244	0,0000
80	0,0008	164	0,0000	248	0,0000

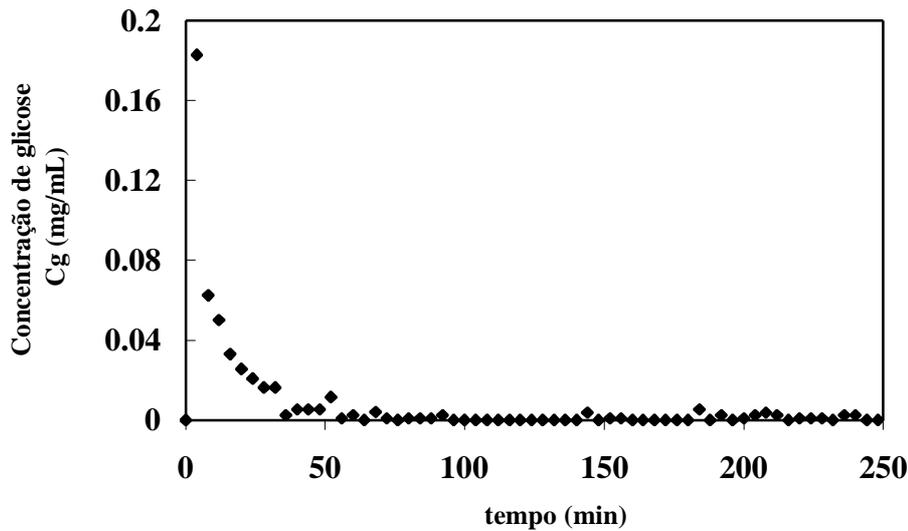


Figura 4.9 - Remoção de glicose da maltodextrina FLUKA com solução de etanol 90% (v/v) 1mL/min, em coluna de leito fluidizado

O diâmetro médio das partículas de maltodextrina em pó é proporcional ao diâmetro do bico do atomizador do secador tipo spray utilizado no processo de secagem. A maltodextrina produzida pela metodologia apresentada no item 3.2.4, apresentou um diâmetro médio de partícula 12 vezes menor que o da maltodextrina FLUKA e 4 vezes menor que aquele da SIGMA (Tabela 4.5). Esta diferença impossibilitou a remoção da glicose presente na maltodextrina experimental em coluna de leito fixo devido a problemas de obstrução nos filtros que suportavam o leito.

Os resultados obtidos nessa etapa do trabalho demonstram, preliminarmente, que o esquema de remoção em coluna em leito fixo e fluidizado ainda não é eficiente para aplicação no processo de obtenção de maltodextrina com baixo teor de glicose.

Para o caso do leito fluidizado deveriam ser estudadas outras vazões (porosidades de leito) de modo a se ter um maior tempo de residência e com isso aumentar a remoção da glicose. Talvez operar a coluna, simplesmente, como um leito ligeiramente expandido.

Estes ensaios realizados demonstram ser possível remover-se a glicose da maltodextrina, porém há a necessidade de se realizar mais experimentos com a finalidade de melhor compreender o processo.

## **4.7 - REMOÇÃO DE GLICOSE EM BATELADA**

### **4.7.1 - MALTODEXTRINA EXPERIMENTAL**

#### **4.7.1.1 - RESULTADOS EXPERIMENTAIS**

Devido ao baixo rendimento de remoção de glicose em leito fixo e fluidizado e a problemas de obstrução dos filtros dos distribuidores de fluxo da coluna, experimentou-se a remoção de glicose em batelada. A metodologia utilizada nesta etapa foi a descrita no item 3.2.6.2.

Foram realizados dois ensaios de remoção de glicose da maltodextrina experimental em reator batelada, alterando-se o volume de coleta do sobrenadante nas primeiras corridas. No ensaio (A) retirava-se apenas a metade do volume do sobrenadante nas primeiras corridas. No ensaio (B), retirava-se todo o sobrenadante. Os valores obtidos nestes ensaios, são mostrados nas Tabelas 4.10 e 4.11, respectivamente.

#### **4.7.1.2 - DISCUSSÃO DOS RESULTADOS**

A maltodextrina experimental apresentava um teor inicial de glicose igual a 9,96 mg/g de maltodextrina (Tabela 4.4), o que levou a uma remoção superior a 85% (média dos dois ensaios), portanto da ordem de 27 pontos percentuais superior ao processo em coluna (maltodextrina FLUKA), e 8% maior que o processo em batelada.

Observa-se na Tabela 4.12, que no ensaio (A) há um erro da ordem de 10% entre a glicose determinada nas frações de etanol e aquela que restou na maltodextrina após a extração, enquanto no ensaio (B) este desvio é de apenas 1,7%. Estes valores encontram-se na faixa de erro experimental admissível para este tipo de ensaio.

Tabela 4.10 - Remoção de glicose em batelada (maltodextrina experimental ensaio A)

Corrida ( nº )	Volume de sobrenadante retirado ( mL )	Glicose removida ( mg )
01	50	13,73
02	50	7,33
03	50	5,54
04	50	3,53
05	50	2,11
06	95	0,90
07	95	----
08	95	0,05
09	95	0,20
10	95	0,62
11	95	0,05
12	95	----
13	95	----
Total	1 010	34,06

A melhor remoção da glicose presente na maltodextrina produzida neste trabalho, provavelmente está associada ao menor tamanho da partícula, o que facilita os processos difusionais. Mais ensaios são requeridos para se confirmar esta hipótese.

Tabela 4.11 - Remoção de glicose em batelada (maltodextrina experimental ensaio B)

Corrida ( nº )	Volume de sobrenadante retirado ( mL )	Glicose removida ( mg )
01	95	17,74
02	95	9,11
03	95	5,29
04	95	0,05
05	95	1,61
06	95	0,34
07	95	----
08	95	----
09	95	----
10	95	----
11	95	----
12	95	----
13	95	----
Total	1 235	34,14

Tabela 4.12 – Glicose removida nos vários ensaios realizados

Amostra	Método de remoção	Glicose presente antes da remoção (mg/g de maltodextrina) *	Glicose removida com etanol 90% (v/v)	Glicose presente após a remoção (mg/g de maltodextrina)	Volume de etanol 90% (v/v) utilizado (mL)	Glicose removida (%)
FLUKA	Coluna	6,74	---	2,85	1160	57,73
FLUKA	Batelada	6,74	20,94	1,28	870	77,67
SIGMA	Coluna	8,86	---	2,36	1320	73,36
Experimental (A)	Batelada	9,96	34,06	1,29	1010	85,49
Experimental (B)	Batelada	9,96	34,14	1,40	1235	85,69

\* Foram utilizadas 4g de maltodextrina, peso seco

#### 4.7.2 - MALTODEXTRINA FLUKA

Os dados de remoção da glicose presente na amostra de maltodextrina FLUKA são apresentados na Tabela 4.13.

Tabela 4.13 - Remoção de glicose em batelada (maltodextrina FLUKA)

Corrida ( nº )	Volume de sobrenadante retirado ( mL )	Glicose removida ( mg )
01	50	8,00
02	50	5,17
03	50	3,75
04	50	1,96
05	50	1,29
06	50	0,77
07	95	----
08	95	----
09	95	----
10	95	----
11	95	----
12	95	----
Total	870	20,94

A utilização de um sistema batelada apresentou um aumento significativo na remoção de glicose comparando-se aos resultados obtidos quando da remoção em coluna, 77,67% contra 57,73% em coluna, respectivamente (Tabela 4.12).

Embora a utilização da metodologia em batelada (3.2.6.2) demande um tempo maior de execução, esta apresenta um aumento percentual da ordem de 20% na remoção da glicose, com o emprego de um volume de solução de etanol a 90% (v/v), menor (25%). Houve também uma redução significativa no volume de reagente GOD PAP utilizado na quantificação da glicose removida (83,1%).

## 5 – CONCLUSÕES

As principais conclusões desse trabalho são apresentadas a seguir.

1 - É possível produzir maltodextrina a partir da fécula de mandioca, por meio de hidrólise enzimática com  $\alpha$ -amilase, tendo-se produzido uma maltodextrina com D.E. 13-14.

2 - O pequeno diâmetro médio de partículas da maltodextrina experimental, deve-se ao bico do atomizador do secador tipo spray utilizado na secagem da solução de maltodextrina (2,5  $\mu$ ).

3 - A melhor concentração de etanol para a remoção de glicose é igual a 90% (v/v).

4 - Nos ensaios realizados em coluna de leito fixo, utilizando-se etanol a 90% (v/v), removeu-se 57,7% da glicose presente na maltodextrina FLUKA e 73,4% daquela presente na maltodextrina SIGMA.

5 - Não foi possível realizar os ensaios de remoção de glicose, em coluna com a maltodextrina experimental, devido a problemas de entupimento na coluna.

6 - Em remoção batelada removeu-se 8% a mais glicose da maltodextrina experimental (85%) comparando-se com a percentagem de glicose removida da maltodextrina FLUKA (77,7%).

7 - Foi possível obter-se maltodextrina com baixo teor de glicose pelo processo de lixiviação em batelada.

## 6 – RECOMENDAÇÕES E SUGESTÕES

Este é um trabalho inicial do processo de produção de maltodextrinas isentas de glicose. Ainda há muito o que se pesquisar.

Dar continuidade a esta linha de pesquisa é de fundamental importância para a elucidação de questões não abordadas no desenvolvimento deste trabalho.

Lista-se como recomendações e sugestões para trabalhos futuros, os seguintes itens:

- O perfil dos maltooligossacarídeos derivados de maltodextrina é uma importante característica que afeta as propriedades funcionais destes hidrolisados de amido. Uma análise precisa deste perfil pode ser realizada por meio de Cromatografia Líquida de Alta Performance (HPLC). As amostras de maltodextrina devem ser submetidas a este método de análise para que se obtenha resultados mais detalhados e com precisão.
- Pesquisar métodos que aumentem o percentual de glicose removida, afim de se ter uma maltodextrina isenta de glicose.
- Diminuir o intervalo de tempo entre as corridas de remoção de glicose em batelada.
- Diminuir o volume de etanol utilizado na eluição em coluna.
- Secar a maltodextrina em secador tipo spray, utilizando-se um bico do atomizador com diâmetro maior, afim de obter-se maltodextrina com partículas maiores, o que possibilitaria a remoção em coluna.
- Estudar a remoção da maltose por processo fermentativo com *S. cerevisiae*.
- Após a hidrólise do amido na D.E. desejada, fermentar a solução obtida com *S. cerevisiae* de modo a eliminar a glicose e a maltose. Em seguida, após a remoção das células, submeter a maltodextrina isenta de glicose à secagem em secador tipo spray.
- Estudar novas condições de operação do leito fluidizado.

- Realizar ensaios de maltodextrina em presença do GOD PAP para verificar se está ocorrendo hidrólise.
- Verificar se o etanol hidrolisa a maltodextrina.
- Realizar ensaios de remoção de uma quantidade conhecida de glicose.

## 7 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ARMBRUSTER, F.C., HARJES, C.F., 1971, U.S. Patent 3,560,343
- BAKER, J.L., HULTON, H.F.E., 1938, *Hydrolysis of Potato and Malt Starches by Malt Amylase Part II: Maltodextrin*, pp. 514 – 519.
- BOBBIO, F. A.; BOBBIO, P. A., 1992a, *Introdução à Química de Alimentos*. 2ª edição. São Paulo. Livraria Varela, pp. 51 – 56.
- BOBBIO, F. A.; BOBBIO, P. A., 1992b, *Química do Processamento de Alimentos*. 2ª edição. São Paulo. Livraria Varela, pp. 70 - 74.
- BRAATEN, W.C., 1970, Sweetening Composition and Method of Producing the Same, Patent Britânica, 1, 183, 593, London, 5 p.
- CEREDA, M. P., 1996, Amidos Modificados. *Boletim SBCTA*, vol. 30, nº 1 (jan/jun), pp.31-36.
- COKER, L.E., VENKATASUBRAMANIAN, K., 1984, Process for the Manufacture of Low D.E. Maltodextrins. United States Patent 4,447,532. May 8, 1984
- HARTOG, L.N., 1939, Process and Apparatus for Manufacturing Malto-Dextrine, U S Patent, 2, 155, 374, 5 p.
- KELLY, C. T.; FOGARTY, W. M., 1983, *Process Biochemistry*, May/June, pp. 6-12.
- KENNEDY, J. F.; NOR, R. J.; STEAD, J. A. & WHITE, C. A., 1985, Oligosaccharide Component Composition and Storage Properties of Commercial Low DE Maltodextrins and their further Modification by Enzymatic Treatment, *Starch*, vol. 37, nº10, pp. 343-351.
- LIMA, H. O. S., 1996, Produção de Ciclodextrina por Fermentação e Ciclização Simultâneas. Dissertação de Mestrado, Universidade Estadual de Maringá, Maringá, Paraná, Brasil, pp. 4 – 9, 66.

- LIMA, H. O. S.; MORAES, F. F. de and ZANIN, G. M., 1998,  $\beta$ -Cyclodextrin Production by Simultaneous Fermentation and Cyclization. *Applied Biochemistry and Biotechnology*, vol. 70 – 72, pp. 789 – 804.
- LING, A.R., NANJI, D.R., 1924, Studies on Starch. Part III. The Nature and the Genesis of the Stable Dextrin and of the Maltodextrins.
- LLOYD, N. E., & NELSON, W. J., 1984, Glucose - and Fructose Containing Sweeteners from Starch. In: WHISTLER, R. L., BEMILLER, J. N., PASCHALL, E. F. (eds.). *Starch: Chemistry and Technology*, 2nd, Academic Press, Inc, Orlando, pp. 611-625.
- LONG, J. E., 1985, United States Markets for Starch Based Products, In: VAN BEYNUM, G. M. A., & ROELS, J. A. (eds.). *Starch Conversion Technolog.* Marcel Dekker, Inc, New York, pp. 335-347.
- LOUGH, W. J., & WAINER, I. W., 1996, *High Performance Liquid Chromatography Fundamental Principles And Practice*, London, Blackie Academic & Professional.
- MALTRIN, 1996. Maltodextrins and Corn Syrup Solids for Pharmaceuticals. Grain Processing Corporation. Catálogo técnico.
- MOLAN Jr., M. J.; ÇELIK, M., 1993, Characterization of Directly Compressible Maltodextrins Manufactured by Three Different Processes. *Drug Development and Industrial Pharmacy*, vol. 19, nºs 17 e 18, pp. 2335-2358.
- MOLAN Jr., M. J.; ÇELIK, M., 1996, *Maltodextrin. Analytical Profiles of Drug Substances and Excipients*. nº 24, pp. 307-349.
- OHLWEILER, O.A., 1974, *Química Analítica Quantitativa 1*, 3ª ed. pp. 176-193.
- PRADO, I.N., SAKUNO, M.L.D, SANTOS, G.T., 1994 b, Influência do Leite Semi-desnatado de Vaca ou Proteínas da Soja sobre a Absorção de Nutrientes Pelos Cabritos Pré-ruminantes, *Revista UNIMAR 16 ( Suplemento 1 )*, pp. 123 - 136
- PRADO, I.N., SETENARESKI, T.F.Z., SAKUNO, M.L.D., 1994 a, Efeito do Leite de Vaca e Proteínas da Soja sobre Níveis Plasmáticos de Glicose, Lipídeos, Triglicerídeos, Colesterol e Uréia em Cabritos Pré-ruminantes, *Arq. Biol. Tecnol.* 37 (1), pp. 91 – 107.

- REGULY, J.C., 1996, *Biotecnologia dos Processos Fermentativos: fundamentos, matérias-primas agrícolas, produtos e processos*. v. 1. Pelotas, Editora Universitária – UFPel, cap. 3, 6, 7 e 8.
- RILEY, C. M., 1996, Efficiency, Retention, Selectivity and Resolution in Chromatography, In: LOUGH, W. J., & WAINER, I. W. (eds.). *High Performance Liquid Chromatography Fundamental Principles and Practice*, Blackie Academic & Professional, London, pp. 15.
- SOMOGYI, M., 1945, A New Reagent for the Determination of Sugar. *Journal of Biological Chemistry* 160, pp. 61-68.
- SZEJTLI, J., 1982, *Cyclodextrins and their Inclusion Complexes*, Akadémiai Kiadó, Budapeste, pp. 69.
- TEIJIN LIMITED, 1974. Patente Francesa 2, 284, 675. Procédé de préparation de cyclodextrine, 19 p.
- TRINDER, P., 1969, Determination of Glucose in Blood Using Oxidase with an Alternative Oxygen Acceptor, *Annals of Clinical Biochemistry*, v.6, pp 24-27.
- VISAVARUNGROJ, N.; REMON, J. P., 1992, Evaluation of Maltodextrin as Binding Agent. *Drug Development and Industrial Pharmacy*, vol. 18, nº15, pp. 1691-1700.
- WULKAN, H., 1911. Process of Manufacturing Dextrin. U S Patent, 993, 011, 3 p.
- ZANIN, G.M., 1989, *Sacarificação do Amido em Reator de Leito Fluidizado com Enzima Amiloglicosidase Imobilizada*, Tese de Doutorado – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, São Paulo, BR, 499 pp.

## **8 - ANEXOS**

### **8.1 - CURVA PADRÃO – (MÉTODO GOD PAP)**

A principal análise realizada neste trabalho foi a determinação de glicose. Com o objetivo de utilizar um método eficiente de determinação de glicose, o qual não determinasse outro açúcar, ensaiou-se curvas de calibração com o teste enzimático colorimétrico GOD PAP, utilizando-se como padrão, glicose, maltose e glicose + maltose.

#### **8.1.1 - CURVA PADRÃO DE GLICOSE EM SOLUÇÃO DE ETANOL 90% (v/v) MÉTODO GOD PAP**

Os dados mostrados na Tabela 8.1 e Figura 8.1, são referentes à curva de calibração de glicose em solução de etanol a 90% (v/v), de acordo com a metodologia descrita no item 3.2.1, substituindo-se a água deionizada por uma solução de etanol a 90% (v/v).

Tabela 8.1 - Absorvâncias (Abs) referentes a concentrações conhecidas de glicose (Cg) em solução de etanol a 90% (v/v), determinados pelo método enzimático colorimétrico GOD PAP.

Cg ( mg/mL )	Abs 500nm	Cg ( mg/mL )	Abs 500nm
0,00	0,000	0,55	0,345
0,05	0,042	0,60	0,366
0,10	0,064	0,65	0,402
0,15	0,099	0,70	0,433
0,20	0,128	0,75	0,467
0,25	0,16	0,80	0,489
0,30	0,194	0,85	0,53
0,35	0,229	0,90	0,547
0,40	0,252	0,95	0,583
0,45	0,288	1,00	0,62
0,50	0,315	----	----

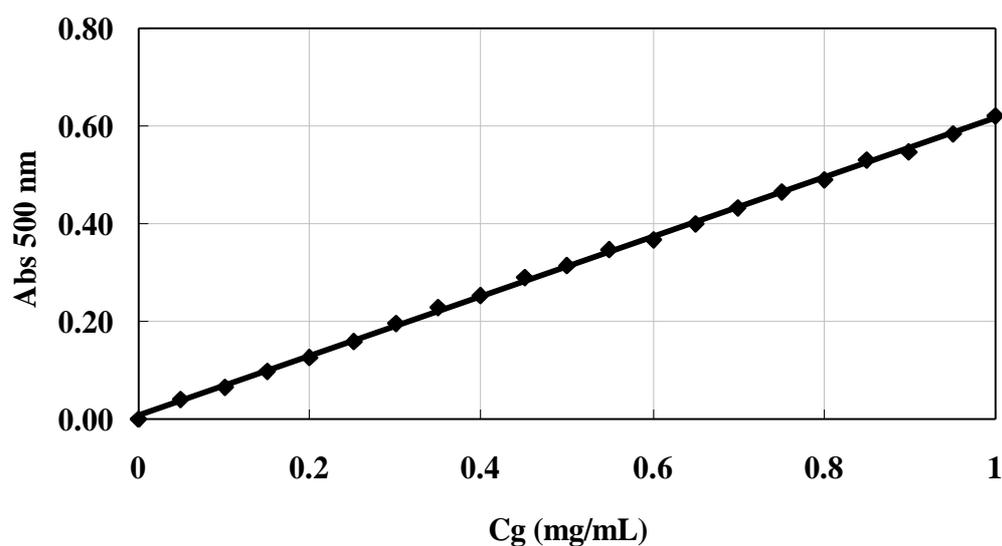


Figura 8.1 - Curva padrão de glicose em solução de etanol 90% (v/v), obtida pelo método enzimático colorimétrico GOD PAP. (Abs = Absorvância; Cg = concentração de glicose)

Por meio de regressão linear entre a absorvância ( Abs ) e a concentração conhecida de glicose ( Cg ), obteve-se a equação 8.1.

$$\text{Abs} = 0,008 + 0,6081\text{Cg} , \quad r = 0,9996 \quad (8.1)$$

### 8.1.2 - CURVA PADRÃO DE GLICOSE + MALTOSE ( MÉTODO GOD PAP )

Os dados mostrados na Tabela 8.2 e Figura 8.2 são referentes a exemplos da curva de calibração utilizada para a dosagem de glicose e maltose nas amostras, de acordo com a metodologia descrita no item 3.2.1, alterando-se o padrão de 1,000g de glicose para 0,500g de glicose e 0,500g de maltose.

Tabela 8.2 - Absorvâncias ( Abs ) referentes a concentrações conhecidas de glicose e maltose ( Cgm ), determinados pelo método enzimático colorimétrico GOD PAP.

Cgm ( mg/mL )	Abs 500nm	Cgm ( mg/mL )	Abs 500nm
0,00	0,000	0,55	0,154
0,05	0,013	0,60	0,168
0,10	0,029	0,65	0,180
0,15	0,041	0,70	0,198
0,20	0,055	0,75	0,209
0,25	0,070	0,80	0,226
0,30	0,085	0,85	0,239
0,35	0,099	0,90	0,256
0,40	0,111	0,95	0,270
0,45	0,126	1,00	0,283
0,50	0,142	----	----

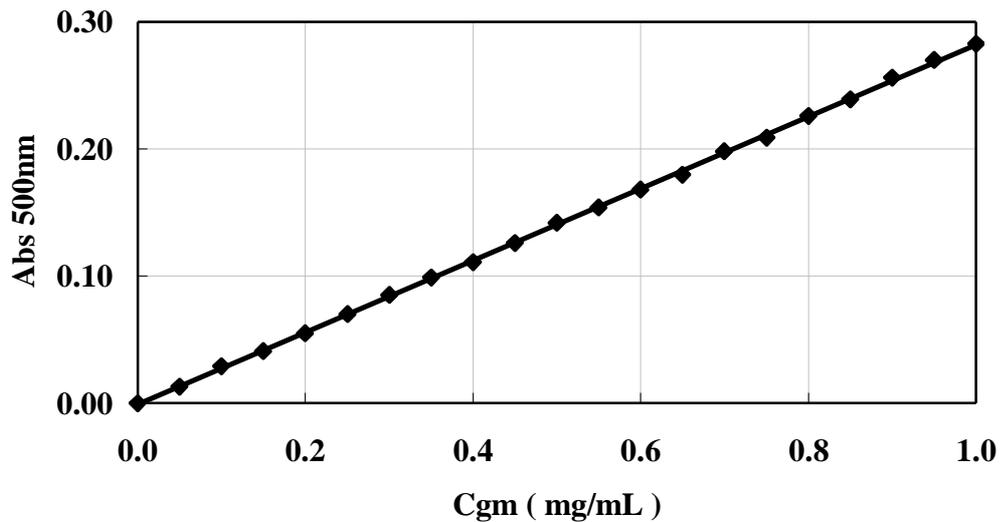


Figura 8.2 - Curva padrão de glicose e maltose, obtida pelo método enzimático colorimétrico GOD PAP. (Abs = Absorvância; Cgm = concentração de glicose + maltose)

Por meio de regressão linear entre a absorvância ( Abs ) e a concentração conhecida de glicose + maltose ( Cgm ), obteve-se a equação 8.2.

$$\text{Abs} = -0,0009 + 0,2832 \text{ Cgm}, \quad r = 0,9999 \quad (8.2)$$

### 8.1.3 - CURVA PADRÃO DE MALTOSE ( MÉTODO GOD PAP )

Os dados apresentados na Tabela 8.3 são referentes a exemplos da curva de calibração utilizada para a dosagem de maltose nas amostras, de acordo com a metodologia descrita no item 3.2.1, alterando-se o padrão de 1,000g de glicose para 1,000g de maltose.

Tabela 8.3 - Absorvâncias (Abs) referentes a concentrações conhecidas de maltose (Cm), determinados pelo método enzimático colorimétrico GOD PAP.

Cm ( mg/mL )	Abs 500nm	Cm ( mg/mL )	Abs 500nm
0,00	0,00	0,55	0,00
0,05	0,00	0,60	0,00
0,10	0,00	0,65	0,00
0,15	0,00	0,70	0,00
0,20	0,00	0,75	0,00
0,25	0,00	0,80	0,00
0,30	0,00	0,85	0,00
0,35	0,00	0,90	0,00
0,40	0,00	0,95	0,00
0,45	0,00	1,00	0,00
0,50	0,00	----	----

#### 8.1.4 - DISCUSSÃO DOS RESULTADOS

A análise dos resultados demonstra que o método enzimático colorimétrico GOD PAP, dosa apenas a glicose presente nas amostras.