EFEITO DO ARMAZENAMENTO REFRIGERADO NAS PROPRIEDADES TÉRMICAS E RETROGRADAÇÃO DOS AMIDOS DE BANANA E MILHO: UM ESTUDO POR DSC

Jéssica Santos de OLIVEIRA[1*], Julia Pereira SAMPAIO[1], Jessica Brito Santos FERRAZ[1], Lys Barreto GARCIA[1]; Cleidiane Pereira da Silva dos SANTOS[1], Cristiane Martins VELOSO[2]

[1]Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia (UESB), Itapetinga, BA, 45700-000, Brasil; [2] Docente/pesquisador, Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia (UESB), Departamento de Tecnologia Rural e Animal, Itapetinga, BA, 45700-000, Brasil.

*E-mail para contato: jeeloliver10@gmail.com

RESUMO: Este estudo avaliou o comportamento térmico do amido de banana (AB) e do amido de milho (AM) submetidos à refrigeração por diferentes períodos (0, 7, 14 e 21 dias), utilizando análise de calorimetria exploratória diferencial (DSC). Os termogramas evidenciaram alterações estruturais associadas ao armazenamento a frio. O AB apresentou maior sensibilidade à refrigeração, com redução da temperatura inicial de gelatinização e acentuada diminuição da entalpia, indicando perda da ordem cristalina e formação de ligações menos estáveis. No entanto, o AM exibiu comportamento térmico mais estável, com variações moderadas nos parâmetros de gelatinização e redução gradual da entalpia, sugerindo maior resistência estrutural. O aumento do intervalo de gelatinização nas amostras de amido indicou maior heterogeneidade ou reorganização das regiões cristalinas ao longo do armazenamento. Os resultados demonstram que a refrigeração influencia diretamente a organização molecular dos amidos, sendo o efeito dependente da origem botânica, o que pode impactar suas propriedades funcionais e aplicações tecnológicas.

Palavras-chave: Análise térmica; Entalpia; Gelatinização; Cristalinidade.

1. INTRODUÇÃO

O amido é o polissacarídeo de reserva mais importante nas plantas, pois constitui uma fonte importante de energia tanto para as plantas como os animais, sendo o principal carboidrato com alto índice glicêmico presente em diversos alimentos derivados de cereais, raízes, grãos, frutos, sementes, caules, tubérculos e rizomas (Karmakar et al., 2024; Yan et al., 2024). A aplicação de produtos à base de amido tem despertado crescente interesse devido às suas

propriedades funcionais, que proporcionam diversos benefícios à saúde. Por essa razão, o amido é amplamente utilizado em produtos comerciais, incluindo pães, massas, biscoitos, bolinhos, pães cozidos no vapor, alimentos fermentados e produtos congelados (Dhull et al., 2021; Ngo et al., 2022).

Nos últimos anos, diferentes fontes de amido têm sido investigadas (De Oliveira et al., 2025; Gutiérrez-Luna et al., 2024; Liu et al., 2022), sendo o amido obtido utilizados em aplicação em produtos alimentícios. Esse interesse está relacionado à presença de amilose, responsável pela formação de estruturas helicoidais que favorecem o espessamento e a gelificação quando aquecidas em meio aquoso, e de amilopectina, cuja estrutura altamente ramificada contribui para o aumento da viscosidade e para a melhoria da textura das dispersões de amido, influenciando diretamente suas funções tecnológicas, incluindo gelificação e estabilidade durante o armazenamento (Rashwan et al., 2024; Wu et al., 2025).

Entre as diferentes fontes botânicas, o amido de milho destaca-se por sua grande utilização industrial, correspondendo a aproximadamente 80% da produção mundial, devido ao baixo custo, elevada disponibilidade, caráter renovável e facilidade de extração. Além disso, apresenta alto teor de amilose, elevada pureza e propriedades mecânicas favoráveis, incluindo boa resistência à água, o que amplia suas perspectivas de aplicação (Oktay et al., 2024). Além disso, o amido de banana tem sido estudado como uma fonte emergente, sustentável e ainda subexplorada. A banana imatura constitui uma importante fonte de amido resistente, como por exemplo o amido de banana-da-terra (*Musa paradisiaca* L.), que apresenta composição química caracterizada por fração de carboidratos correspondente a 85,81%, seguida por pectina (4,45%), proteínas (4,98%), lipídios (0,34%) e cinzas (1,83%) (Kumar et al., 2025). Tanto o amido de milho como o de banana apresentam propriedades espessantes e estabilizantes, podendo ser aplicados em diferentes produtos alimentícios, especialmente aqueles contendo derivados lácteos (He et al., 2024).

Apesar dessas funcionalidades tecnológicas, fenômenos como gelatinização e retrogradação devem ser cuidadosamente considerados durante o processamento e armazenamento dos alimentos. A gelatinização do amido ocorre com o aumento da temperatura do sistema, promovendo o rompimento das ligações de hidrogênio entre as regiões amorfas e cristalinas, o que resulta no colapso irreversível do grânulo e na liberação parcial de amilose para o meio aquoso (Scott & Awika, 2023). Esse processo também pode estar associado ao tamanho do grânulo, uma vez que grânulos maiores tendem a apresentar temperaturas de gelatinização mais elevadas, com temperatura final e entalpia próximas de 80,28 °C e 3,268 J g^{-1}, respectivamente (Moreno-Zaragoza et al., 2025; Rashwan et al., 2024). Entretanto, durante o resfriamento da pasta, ocorre a reassociação das cadeias de amilose e amilopectina em estruturas mais ordenadas, iniciando o processo de retrogradação (Scott & Awika, 2023).

A retrogradação está associada às variações de temperatura, que influenciam o rearranjo das cadeias curtas de amilopectina durante a reorganização estrutural das partículas de amido nativo, resultando em maior tendência à recristalização (Karmakar et al., 2024; Rashwan et al., 2024; Wu et al., 2025). Consequentemente, esse fenômeno pode provocar alterações macroscópicas nas matrizes alimentares, incluindo sinérese e endurecimento do gel. Li et al.

(2022) relatam que fatores como o armazenamento refrigerado exercem influência direta sobre a resistência estrutural e o comportamento funcional do amido, afetando propriedades como adesividade e reduzindo a taxa de hidrólise com o aumento do armazenamento. Entretanto, a relação entre o armazenamento sob refrigeração e as mudanças nas propriedades térmicas dos amidos ainda permanece pouco explorada, especialmente considerando diferentes origens botânicas. O estudo das alterações decorrentes do armazenamento do amido é relevante para o processamento de alimentos que utilizam esse polímero como matéria-prima e são submetidos à cadeia de frio.

A calorimetria diferencial de varredura (DSC) constitui uma ferramenta analítica muito empregada para acompanhar a reorganização molecular do amido durante o armazenamento, com base na avaliação de suas transições térmicas (De Oliveira et al., 2025). Essa técnica permite determinar parâmetros como temperatura de gelatinização, entalpia, recristalização, grau de retrogradação e outras transições de fase associadas à fusão e reorganização estrutural do material (Ghanbari et al., 2023; Menczel et al., 2023). Diante disso, embora a literatura apresente diversos estudos sobre diferentes tipos de amido, bem como sobre gelatinização, retrogradação e aplicações alimentares, ainda são limitados os trabalhos que comparam diretamente amidos de banana e milho submetidos ao armazenamento refrigerado utilizando DSC. Portanto, este estudo teve como objetivo avaliar o efeito do armazenamento refrigerado nas propriedades térmicas e no comportamento de retrogradação dos amidos de banana e milho por meio da calorimetria diferencial de varredura (DSC).

2. MATERIAL E MÉTODOS

As bananas-da-terra (*Musa paradisiaca* L.) verde foram adquiridas de distribuidores da feira livre do município de Itapetinga, localizado na região sudoeste do estado da Bahia (15º15'55" S e 40º12'40" O). O amido de milho utilizado neste estudo foi adquirido comercialmente em estabelecimento local da cidade. O hidróxido de sódio PA foi obtido da Synth® (Diadema, SP, Brasil).

2.1. Extração do amido de banana-da-terra

A extração do amido de banana-da-terra verde foi realizada conforme a metodologia proposta por Moorthy (1991), com adaptações. Os frutos verdes, ainda com casca, foram higienizados, descascados, cortados em fatias de aproximadamente 3 mm de espessura, pesados (3,6 kg) e imersos em solução de hidróxido de amônio (0,03 mol L^{-1}), na proporção de 1:7 (massa de polpa/volume da solução), durante 30 min. Posteriormente, a polpa foi triturada em liquidificador industrial (Metvisa, Brasil, modelo 4810395) por 5 min a 3500 rpm. O material obtido foi filtrado utilizando peneira de náilon, com o objetivo de remover impurezas. Após a filtração, o extrato permaneceu em repouso por 2 h para decantação do amido, sendo o sobrenadante posteriormente descartado. O sedimento foi ressuspenso em água destilada, submetido a nova filtração e mantido novamente em repouso sob as mesmas condições. Esse procedimento foi repetido sucessivamente até a obtenção de um material com aspecto límpido. Em seguida, o material sólido resultante foi seco em estufa com circulação de ar forçada (Pardal Tecnologia, Rio de Janeiro, RJ, Brasil) a 40 °C por 10 h. Após a secagem, o material foi

triturado e peneirado. O rendimento da extração foi calculado de acordo com a Equação 1, sendo posteriormente submetido à análise térmica juntamente com o amido de milho.

$$Rendimento\ (\%) = \frac{peso\ do\ amido\ (g)}{polpa\ (g)}\ x\ 100 \quad (1)$$

2.1.2. Propriedades térmicas dos amidos refrigerados

As propriedades térmicas do amido de banana verde (AB) e do amido de milho (AM) foram avaliadas por calorimetria exploratória diferencial de varredura (DSC) em equipamento Discovery 250 (TA Instruments, EUA), previamente calibrado com índio padrão. Aproximadamente 4,0 mg de amido (base seca) foram misturados com 6 µL de água destilada, e 3,0 mg da suspensão foram acondicionados em cápsulas herméticas de alumínio. As amostras permaneceram em repouso por 2 h à temperatura ambiente para hidratação e, posteriormente, foram aquecidas de 25 a 120 °C, à taxa de 10 °C min^{-1}, utilizando cápsula vazia como referência. Após a primeira varredura, as amostras permaneceram acondicionadas nas mesmas cápsulas herméticas de alumínio utilizadas na análise inicial e foram armazenadas em refrigerador convencional a 5 °C, sem qualquer transferência para outro recipiente ou embalagem. As análises subsequentes foram realizadas após 0, 7, 14 e 21 dias de armazenamento, a fim de avaliar o processo de retrogradação, originando os tratamentos AB0/AM0, AB7/AM7, AB14/AM14 e AB21/AM21. A temperatura inicial de gelatinização (T_o), a temperatura de pico (T_p), a temperatura final (T_f) e a variação de entalpia (ΔH, J g^{-1}) dos amidos nativos e retrógrados foram determinadas por meio do software TRIOS EasyMass (TA Instruments, EUA). Os gráficos foram elaborados no software OriginPro 2018 (versão 9.5, Northampton, EUA).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

O rendimento do processo de extração do amido de banana foi de 28,58%, indicando eficiência na recuperação do material amiláceo a partir da matéria-prima utilizada.

Observa-se nos termogramas obtidos por DSC diferenças no comportamento de gelatinização entre o amido de banana (AB) e o amido de milho (AM) ao longo do período de refrigeração, indicando modificações estruturais progressivas associadas ao armazenamento a frio (Figura 1). Essas diferenças podem ser comprovadas pela diferença entre os valores dos parâmetros térmicos apresentados na Tabela 1.

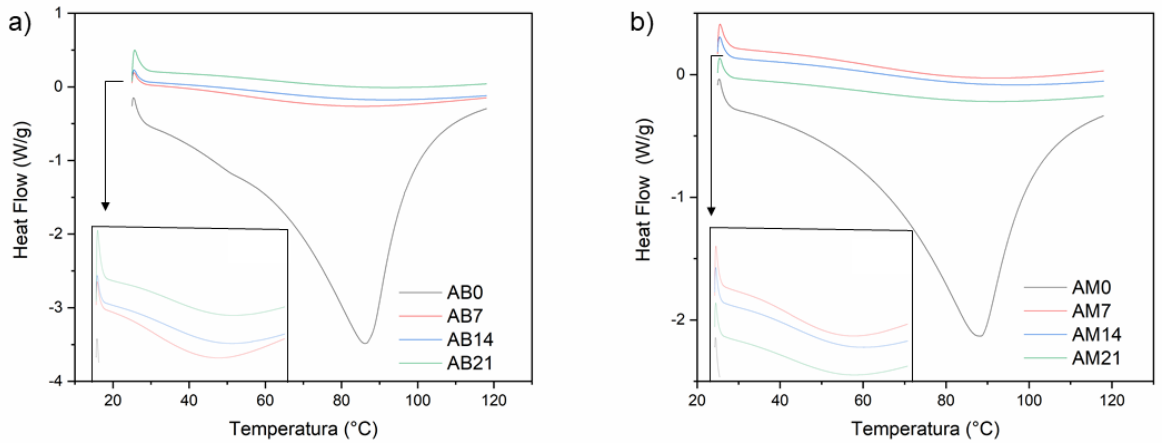


Figura 1. Termogramas obtidos por calorimetria exploratória diferencial de varredura (DSC) dos amidos durante o período de armazenamento refrigerado: (a) amido de banana-da-terra (AB) e (b) amido de milho (AM).

Tabela 1. Parâmetros térmicos obtidos por calorimetria exploratória diferencial de varredura (DSC) dos amidos de banana-da-terra (AB) e de milho (AM) submetidos a diferentes períodos de armazenamento sob refrigeração.

Amostra	T_0 (°C)	T_p (°C)	T_f (°C)	ΔT (°C)	ΔH (J·g⁻¹)
AB0	55,14	85,67	97,16	42,02	591,68
AB7	35,88	79,61	81,84	45,96	56,60
AB14	37,80	83,50	87,66	49,86	30,00
AB21	40,04	84,27	88,54	48,50	30,60
AM0	58,78	88,12	99,13	40,35	333,40
AM7	43,18	82,79	86,97	43,79	30,54
AM14	42,93	85,95	90,02	47,09	24,77
AM21	37,45	84,38	88,64	51,19	27,70

*To (onset): temperatura em que a linha de base e a curva começam a divergir (início da transição); Tp (peak): temperatura do pico mínimo (no caso de endotermia de gelatinização: ponto de máxima absorção); Tf (endset/offset): temperatura em que a curva retorna à linha de base (fim da transição); ΔT: Tf − To (largura da transição); ΔH: entalpia de gelatinização obtida pela integração da área do pico (J·g⁻¹). AB0 e AM0 = 0 dias; AB7 e AM7 = 7 dias; AB14 e AM14 = 14 dias; e AB21 e AM21 = 21 dias.

Para o AB, observou-se maior redução da temperatura inicial de gelatinização (T_0) após 7 dias de refrigeração, de 55,14 para 35,88 °C, seguida de leve aumento nos tempos posteriores (Tabela 1). Esse comportamento sugere que a ocorrência do pré-aquecimento e da refrigeração promoveu inicialmente reorganizações moleculares que facilitaram a entrada de água nas regiões amorfas, reduzindo a estabilidade térmica inicial dos grânulos e favorecendo a ruptura parcial de alguns cristalitos de amido (Wang et al., 2016). Entretanto, entre 14 e 21 dias, o aumento gradual de T_0 e a manutenção de temperaturas de pico relativamente elevadas podem estar associados à fusão cooperativa de cristais de amido mediada pela água, assim como ao desenvolvimento de estruturas parcialmente reordenadas e cristalinas (Chakraborty et al., 2022). A redução da entalpia (ΔH) do AB após a refrigeração constitui o resultado mais importante. A elevada ΔH inicial, de 591,68 J·g⁻¹, demonstra maior conteúdo de regiões

cristalinas compactas e organizadas no tempo zero (Martins et al., 2022). Após o armazenamento refrigerado, a redução brusca da energia necessária para a gelatinização indica perda da ordem cristalina, sugerindo que as estruturas formadas durante a refrigeração apresentam arranjo cristalina desordenado ou menor densidade de empacotamento molecular, ou ainda a influência de modificações nas cadeias de amilose e amilopectina (Yashini et al., 2024). Assim, embora ocorra reorganização estrutural, esta não restabelece o nível energético do sistema nativo.

No AM, o comportamento térmico mostrou-se mais estável ao longo do tempo. As temperaturas de gelatinização apresentaram variações moderadas, indicando maior resistência estrutural às alterações induzidas pela refrigeração. A redução gradual da ΔH ao longo do armazenamento sugere reorganizações moleculares mais lentas e menos intensas em comparação ao AB, evidenciando que a matriz granular do AM mantém boa parte de sua organização cristalina original mesmo após 21 dias. Comparativamente, o AB apresentou maior sensibilidade à refrigeração, evidenciada pela ampla variação das temperaturas térmicas e pela acentuada queda da entalpia de gelatinização. Já o AM demonstrou comportamento térmico mais consistente, indicando uma estrutura granular mais estável sob armazenamento refrigerado. O aumento progressivo do intervalo de gelatinização (ΔT) para ambos os amidos ao longo do tempo reforça a formação de áreas cristalinas heterogêneas, com diferentes graus de estabilidade térmica (Singh et al., 2023). Esse alargamento da transição térmica, observado nas Figuras 1a e 1b, sugere a coexistência de regiões com diferentes graus de organização molecular, resultado típico de rearranjos estruturais não uniformes e heterogêneos durante a refrigeração (Luo et al., 2022).

Os resultados indicam que o sistema de refrigeração promove modificações estruturais dependentes da origem botânica do amido, sendo o AB mais suscetível à desorganização cristalina, seguida de reorganizações menos estáveis, enquanto o AM apresenta maior estabilidade térmica e menores alterações estruturais ao longo do armazenamento. Esse comportamento é similar às propriedades estruturais do AM comumente empregados em alimentos. No entanto, o amido de banana ainda permanece subexplorado, necessitando de mais estudos para compreender suas funcionalidades e características.

4. CONCLUSÃO

A análise por DSC demonstrou que a refrigeração promove modificações estruturais dependentes da origem botânica do amido. O amido de banana apresentou maior sensibilidade ao armazenamento refrigerado, evidenciada pela redução da entalpia de gelatinização e pelas variações nas temperaturas térmicas, indicando desorganização cristalina seguida de reorganizações menos estáveis. Em contrapartida, o amido de milho manteve maior estabilidade térmica ao longo da refrigeração, sugerindo maior resistência estrutural às alterações induzidas pelo frio. Esses resultados indicam que o armazenamento refrigerado influencia diretamente o comportamento térmico e a organização molecular dos amidos, impactando suas propriedades tecnológicas e aplicações.

5. REFERÊNCIAS

CHAKRABORTY, I., N, P., MAL, S. S., PAUL, U. C., RAHMAN, M. H., & MAZUMDER, N. (2022). An insight into the gelatinization properties influencing the modified starches used in food industry: A review. *Food and Bioprocess Technology*, 15(6), 1195-1223

DE BARROS MESQUITA, C., LEONEL, M., FRANCO, C. M. L., LEONEL, S., GARCIA, E. L., & DOS SANTOS, T. P. R. (2016). Characterization of banana starches obtained from cultivars grown in Brazil. *International Journal of Biological Macromolecules*, 89, 632-639

DE OLIVEIRA, J. S., DE OLIVEIRA, J. P., DE OLIVEIRA, C. P., & VELOSO, C. M. (2025). Trends and developments of starch-based biodegradable polymer blends for use as food packaging with a focus on thermal stability: bibliometric, scientometric, and qualitative analyses from 2019 to 2024. *International Journal of Biological Macromolecules*, 149891.

DHULL, S. B., MALIK, T., KAUR, R., KUMAR, P., KAUSHAL, N., & SINGH, A. (2021). Banana starch: properties illustration and food applications—a review. *Starch-Stärke*, 73(1-2), 2000085.

GHANBARI, E., PICKEN, S. J., & VAN ESCH, J. H. (2023). Analysis of differential scanning calorimetry (DSC): determining the transition temperatures, and enthalpy and heat capacity changes in multicomponent systems by analytical model fitting: E. Ghanbari et al. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 148(22), 12393-12409.

GUTIÉRREZ-LUNA, K., ANSORENA, D., & ASTIASARAN, I. (2024). Effect of baking conditions on resistant starch: Model systems and cake formulations. *Food Chemistry*, 449, 139174

HE, M., ZHANG, M., GAO, T., CHEN, L., LIU, Y., HUANG, Y., & LI, Y. (2024). Assembly of soy protein-corn starch composite gels by thermal induction: Structure, and properties. *Food Chemistry*, 434, 137433.

KARMAKAR, B., SARKAR, S., CHAKRABORTY, R., SAHA, S. P., THIRUGNANAM, A., ROY, P. K., & ROY, S. (2024). Starch-based biodegradable films amended with nano-starch and tannic acid-coated nano-starch exhibit enhanced mechanical and functional attributes with antimicrobial activity. *Carbohydrate Polymers*, 341, 122321.

KUMAR, N. S., SUNIL, C. K., VERMA, M. K., & PALANIMUTHU, V. (2025). Banana starch: Modification methods and their effect on starch properties–a recent review. *Food and Humanity*, 4, 100543.

LI, D., WU, Z., ZHAO, S., WANG, L., QIAO, D., ZHANG, L., & ZHANG, B. (2022). Cold-chain cooked rice with different water contents: Retarded starch digestion by refrigeration. *International journal of biological macromolecules*, 199, 10-16.

LIU, L., YANG, T., YANG, J., ZHOU, Q., WANG, X., CAI, J., & JIANG, D. (2022). Relationship of starch pasting properties and dough rheology, and the role of starch in determining quality of short biscuit. *Frontiers in Plant Science*, 13, 829229

LUO, Y., LI, Y., LI, L., & XIE, X. (2022). Physical modification of maize starch by gelatinizations and cold storage. *International journal of biological macromolecules*, 217, 291-302.

MARTINS, P. C., LATORRES, J. M., & MARTINS, V. G. (2022). Impact of starch nanocrystals on the physicochemical, thermal and structural characteristics of starch-based films. *Lwt*, 156, 113041.

MENCZEL, J. D., ANDRE, R., KOHL, W. S., KRONGAUZ, V. V., LŐRINCZY, D., READING, M., & GREBOWICZ, J. (2023). Fundamentals of DSC. In The handbook of differential scanning calorimetry (pp. 1-189). *Butterworth-Heinemann*.

MORENO-ZARAGOZA, J., ROSELL, C. M., & BELLO-PÉREZ, L. A. (2025). The multiscale structure of banana starch related to the physicochemical, thermal, functional and digestibility characteristics: A review. Food Hydrocolloids, 159, 110646.

MOORTHY, S. N. 1991. Estraction of starches from tuber crops using ammonia. *Carbohydrate Polymers*. 16, 391-398.

NGO, T. V., KUSUMAWARDANI, S., KUNYANEE, K., & LUANGSAKUL, N. (2022). Polyphenol-modified starches and their applications in the food industry: Recent updates and future directions. Foods, 11(21), 3384.

OKTAY, S., PIZZI, A., KÖKEN, N., & BENGÜ, B. (2024). Chemical modification techniques of corn starch for synthesis wood adhesive. International Journal of Adhesion and Adhesives, 128, 103545.

RASHWAN, A. K., YOUNIS, H. A., Abdelshafy, A. M., OSMAN, A. I., ELETMANY, M. R., HAFOUDA, M. A., & Chen, W. (2024). Plant starch extraction, modification, and green applications: A review. *Environmental Chemistry Letters*, 22(5), 2483-2530.

SINGH, N., SINGH, J., KAUR, L., SODHI, N. S., & GILL, B. S. (2003). Morphological, thermal and rheological properties of starches from different botanical sources. *Food chemistry*, 81(2), 219-231.

SCOTT, G., & AWIKA, J. M. (2023). Effect of protein–starch interactions on starch retrogradation and implications for food product quality. Comprehensive *Reviews in Food Science and Food Safety*, 22(3), 2081-2111.

WANG, S., ZHANG, X., WANG, S., & COPELAND, L. (2016). Changes of multi-scale structure during mimicked DSC heating reveal the nature of starch gelatinization. *Scientific reports*, 6(1), 28271.

WU, Z., ZHANG, X., MA, M., SUI, Z., & CORKE, H. (2025). The distribution of starch granule-associated proteins and their effects on starch properties: A review. *Food Hydrocolloids*, 111755.

YAN, X., MCCLEMENTS, D. J., LUO, S., LIU, C., & YE, J. (2024). Recent advances in the impact of gelatinization degree on starch: Structure, properties and applications. *Carbohydrate Polymers*, 340, 122273.

YASHINI, M., KHUSHBU, S., MADHURIMA, N., SUNIL, C. K., MAHENDRAN, R., & VENKATACHALAPATHY, N. (2024). Thermal properties of different types of starch: A review. *Critical reviews in food science and nutrition*, 64(13), 4373-4396.