



**ANA IZABELLA FREIRE**

**AVALIAÇÃO DA CAPACIDADE DE  
EXPANSÃO DE MILHO-PIPOCA PELAS  
TÉCNICAS DE ESPECTROMETRIA NO  
INFRAVERMELHO PRÓXIMO, COMPOSIÇÃO  
QUÍMICA E MICROSCOPIA ELETRÔNICA**

**LAVRAS – MG  
2015**

**ANA IZABELLA FREIRE**

**AVALIAÇÃO DA CAPACIDADE DE EXPANSÃO DE MILHO-PIPOCA  
PELAS TÉCNICAS DE ESPECTROMETRIA NO INFRAVERMELHO  
PRÓXIMO, COMPOSIÇÃO QUÍMICA E MICROSCOPIA  
ELETRÔNICA**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Genética e Melhoramento de Plantas, área de concentração em Genética e Melhoramento de Plantas, para a obtenção do título de Mestre.

Orientador  
Dr. João Cândido de Souza

**LAVRAS-MG  
2015**

**Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema de Geração de Ficha Catalográfica da Biblioteca  
Universitária da UFLA, com dados informados pelo(a) próprio(a) autor(a).**

Freire, Ana Izabella.

Avaliação da capacidade de expansão de milho-pipoca pelas técnicas de espectrometria no infravermelho próximo, composição química e microscopia eletrônica. / Ana Izabella Freire. – Lavras: UFLA, 2015.

53 p. : il.

Dissertação (mestrado acadêmico) – Universidade Federal de Lavras, 2015.

Orientador (a): João Cândido de Souza.

Bibliografia.

1. Zea mays L. 2. Amilose. 3. Pericarpo. 4. Nir. I. Universidade Federal de Lavras. II. Título.

**ANA IZABELLA FREIRE**

**MÉTODOS PARA AVALIAÇÃO DA CAPACIDADE DE EXPANSÃO DE  
MILHO-PIPOCA PELAS TÉCNICAS DE ESPECTROMETRIA NO  
INFRAVERMELHO PRÓXIMO, COMPOSIÇÃO QUÍMICA E  
MICROSCOPIA ELETRÔNICA**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Lavras, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Genética e Melhoramento de Plantas, área de concentração em Genética e Melhoramento de Plantas, para a obtenção do título de Mestre.

APROVADA em 17 de julho de 2015.

Dr. Renato Mendes Guimarães

UFLA

Dr. Antônio Rodrigues Vieira

EPAMIG

Dr. João Cândido de Souza  
Orientador

**LAVRAS-MG  
2015**

*“Aclamem o Senhor todos os habitantes da terra!  
Prestem culto ao Senhor com alegria; entrem na sua presença com cânticos  
alegres.  
Reconheçam que ele é o nosso Deus. Ele nos fez e somos dele: somos o seu  
povo, e rebanho do seu pastoreio.  
Entrem por suas portas com ações de graças, e em seus átrios, com louvor;  
dêem-lhe graças e bendigam o seu nome.  
Pois o Senhor é bom e o seu amor leal é eterno; a sua fidelidade permanece por  
todas as gerações.” (Salmos 100:1-5)*

*“Mas o plano de Deus é o melhor.  
Sua vontade, perfeita pra mim.  
Eis me aqui, Pai,  
Envia-me a mim.  
Onde quer que mandares,  
Irei, meu Senhor.”*

***Dedico esta, bem como todas as minhas demais conquistas, aos meus pais  
Maria Aparecida de Andrade Freire e Luiz Galvão Freire.***

## **AGRADECIMENTOS**

Primeiramente, a Deus meu protetor, que me proporcionou sabedoria e a coragem para a escolha certa e que sempre me abençoa.

A minha mãe, Maria Aparecida, minha companheira de todas as batalhas, que sempre acreditou em mim e nunca me deixou desistir. Não consigo expressar o orgulho e nem o amor que sinto por essa “MÃE DE FÉ”.

Ao meu pai Luiz, que me ensinou a ser honesta e que sempre me mostrou o caminho certo a seguir.

Ao amado gato Chico, pela alegria e todos os momentos de descontração.

À família de Viçosa, todo o amor, atenção, incentivo e confiança.

À Tia Ivone, pelo apoio e por acreditar tanto em mim.

Aos amigos especiais Rafaela Tachinardi, Elisa Castro, Camila Bastos, Lauany, Alinne Silva, Thaise, Ana Rosália e Gustavo Delfino que nunca serão esquecidos.

Aos professores, Renato Mendes Guimarães pela paciência e companheirismo. Édila pela generosidade e conselhos. Antônio Rodrigues pela contribuição e boa vontade. Eduardo Alves pelas boas ideias e comprometimento. Carla Massimo que sempre esteve disposta a contribuir e ensinar. E finalmente, ao amigo e orientador João Cândido de Souza, que me acompanhou durante tantos anos, obrigada pela orientação, recepção, ensinamentos, oportunidades, compreensão e principalmente pela amizade.

Aos amigos e funcionários do programa de Genética e Melhoramento de Plantas e ao Laboratório de sementes.

À Universidade Federal de Lavras pela excelente chance de crescimento.

Ao CNPq pela bolsa de estudo concedida.

Ao meu maravilhoso e incrível namorado FILIPE, que sempre esteve ao meu lado me apoiando e acreditando no meu sucesso. Amor, faz parte de todas as minhas conquistas. TE AMO!

## RESUMO

O consumo brasileiro de milho-pipoca tem aumentado exponencialmente. A principal característica é a que faz com que seus pequenos grãos, quando submetidos a uma fonte de calor tenham a capacidade de estourar. A capacidade de expansão é a relação entre o volume de pipoca estourada e o volume de grãos utilizados. Do exposto, objetivou-se com esse trabalho identificar progênies com diferentes valores de capacidade de expansão pela técnica de Espectrometria no infravermelho próximo (NIR) e associar a dispersão dos grânulos de amido, porcentagem de amilose e espessura do pericarpo às progênies com diferentes valores de capacidade de expansão. Utilizou-se o delineamento blocos casualizados (DBC) para a porcentagem de amilose, e o delineamento inteiramente casualizado (DIC) para a espessura de pericarpo ( $\mu\text{m}$ ). Constatou-se que os tratamentos 1 e 3, apresentaram endosperma com grânulos de amido individualizados, e os tratamentos 7 e 10 apresentaram endospermas com grânulos agregados. Para a porcentagem de amilose, os tratamentos 10 e 8 apresentaram os maiores valores e não diferiram entre si, os tratamentos 5, 6, 7 e 9 apresentaram valores intermediários e os tratamentos 1, 2, 3 e 4 apresentaram os menores valores. Quanto à espessura do pericarpo, os tratamentos 10 e 7 apresentaram os maiores valores e não diferiram entre si. Já os tratamentos 1, 3 e 4 apresentaram as menores espessuras. O modelo obtido pelo NIR não foi eficiente para separar os tratamentos de acordo com a capacidade de expansão. Tratamentos com maiores valores de capacidade de expansão apresentaram o endosperma mais compactado, o pericarpo com maior espessura e maior porcentagem de amilose.

Palavras-chave: *Zea mays L.* Amilose. Pericarpo. NIR.

## ABSTRACT

Brazilian consumption of popcorn has increased exponentially. The main feature is the one that makes your small grains when subjected to a heat source, have the ability to burst. The expansion capacity is the relation between the volume of burst popcorn and volume of grains used. From the above, in this work the objective was to identify progenies with different values of expansion capabilities by Spectrometry technique in near infrared (NIR) and associate the dispersion of the starch granules, percentage of amylose and pericarp thickness to progeny with different expansion capabilities values. It was used the randomized block design (DBC) for the amylose percentage and completely randomized design (CRD) for the pericarp thickness ( $\mu\text{m}$ ). It was found that treatments 1 and 3 showed endosperm with starch granules individualized, and treatments 7 and 10 showed endosperm with aggregate granules. For the amylose percentage the treatments 10 and 8 showed the highest values and did not differ from each other, treatments 5, 6, 7 and 9 showed intermediate values and the treatments 1, 2, 3 and 4 had the lowest values. As for the pericarp thickness the treatments 10 and 7 showed the highest values and did not differ from each other. The treatments 1, 3 and 4 showed the lowest thicknesses. The model obtained by NIR was not efficient to separate the treatments according to the expansion capabilities. Treatments with higher expansion capabilities values showed the most compressed endosperm, the pericarp with higher thickness and higher amylose percentage.

Keywords: *Zea mays L.* Amylose. Pericarp. NIR.



## LISTA DE FIGURAS

Figura 1	A Estrutura da amilose [polímero linear composto por unidade de D-glicose unidas em ligações $\alpha$ -(1-4)]. B. Estrutura da amilopectina [polímero ramificado composto por unidades de D-glicose unidas em ligações $\alpha$ -(1-4) e $\alpha$ -(1-6)]...	27
Figura 2	Corte longitudinal de um grão de milho pipoca. A seta indica a região utilizada para obtenção das imagens do arranjo dos grânulos de amido e espessura do pericarpo.....	33
Figura 3	Micrografia eletrônica de varredura mostrando o arranjo dos grânulos de amido em endosperma dos tratamentos 1 (A), 3 (B), 7 (C) e 10 (D). As imagens foram obtidas em um aumento de 1350 vezes. A escala utilizada foi de 20 $\mu$ m. UFLA, LAVRAS, MG, 2015.....	34
Figura 4	Micrografia eletrônica mostrando o arranjo dos grânulos de amido em endosperma dos tratamentos 1 (A), 3 (B), 7 (C) e 10 (D). As imagens foram obtidas em um aumento de 5000 vezes. A escala utilizada foi de 10 $\mu$ m. UFLA, LAVRAS, MG, 2015.....	36
Figura 5	Micrografia eletrônica mostrando a espessura de pericarpo dos tratamentos 1 (A), 3 (B), 7 (C) e 10 (D). As imagens foram obtidas em um aumento de 1350 vezes. A escala utilizada foi de 20 $\mu$ m. UFLA, LAVRAS, MG, 2015.....	39
Figura 6	Conjunto de espectros originais (sem transformações matemáticas) de absorvância na região do NIR e espectros NIR após correção multiplicativa de sinal (MSC) e derivativa, dos tratamentos (1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 e 10).....	41

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1	Tratamentos com seus respectivos valores de capacidade de expansão UFLA, LAVRAS, MG, 2015.....	31
Tabela 2	Resumo da análise de variância das características porcentagem de amilose e espessura de pericarpo ( $\mu\text{m}$ ). UFLA, LAVRAS, MG, 2015.....	37
Tabela 3	Porcentagem de amilose e espessura de pericarpo ( $\mu\text{m}$ ) obtidos em tratamentos com diferentes valores de capacidade de expansão UFLA, LAVRAS, MG, 2015.....	39
Tabela 4	Porcentagem de acerto para calibração, validação cruzada, validação ( <i>y-randomization</i> ) e predição (validação externa) em tratamentos com diferentes valores de capacidade de expansão. UFLA, LAVRAS, MG, 2015.....	42

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO.....</b>	<b>12</b>
<b>2</b>	<b>REFERENCIAL TEÓRICO.....</b>	<b>15</b>
<b>2.1</b>	<b>Classificação botânica e Origem.....</b>	<b>15</b>
<b>2.2</b>	<b>Milho-pipoca no Brasil.....</b>	<b>16</b>
<b>2.3</b>	<b>Capacidade de expansão.....</b>	<b>18</b>
<b>2.4</b>	<b>Capacidade de expansão.....</b>	<b>20</b>
<b>2.5</b>	<b>Espectrometria no infravermelho próximo (NIR).....</b>	<b>22</b>
<b>2.6</b>	<b>Microscopia eletrônica de varredura e Composição química.....</b>	<b>25</b>
<b>3</b>	<b>MATERIAL E MÉTODOS.....</b>	<b>30</b>
<b>3.1</b>	<b>Localização do experimento.....</b>	<b>30</b>
<b>3.2</b>	<b>Progênes utilizadas.....</b>	<b>30</b>
<b>3.3</b>	<b>Capacidade de expansão.....</b>	<b>30</b>
<b>3.4</b>	<b>Espectrometria no infravermelho próximo (NIR).....</b>	<b>31</b>
<b>3.5</b>	<b>Porcentagem de amilose.....</b>	<b>32</b>
<b>3.6</b>	<b>Microscopia eletrônica de varredura.....</b>	<b>32</b>
<b>3.7</b>	<b>Delineamento experimental e Análise estatística.....</b>	<b>33</b>
<b>4</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO.....</b>	<b>34</b>
<b>4.1</b>	<b>Arranjo dos grânulos de amido.....</b>	<b>34</b>
<b>4.2</b>	<b>Espessura de pericarpo (<math>\mu\text{m}</math>) e porcentagem de amilose.....</b>	<b>37</b>
<b>4.2.1</b>	<b>Espessura de pericarpo.....</b>	<b>37</b>
<b>4.2.2</b>	<b>Porcentagem de amilose.....</b>	<b>40</b>
<b>4.3</b>	<b>Espectrometria no infravermelho próximo.....</b>	<b>41</b>
<b>5</b>	<b>CONCLUSÕES.....</b>	<b>43</b>
	<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>44</b>

## 1 INTRODUÇÃO

O milho-pipoca é um aperitivo muito apreciado em todo o mundo, sendo que esse grande sucesso se deve, em parte, à associação da pipoca a locais de diversão como cinemas, parques, circos, entre outros (POPCORN, 2015).

Os Estados Unidos da América são os maiores produtores e consumidores de pipoca do mundo, sendo o Brasil o segundo maior produtor, com uma produção média anual de 80 mil toneladas (MOTERLE, 2010).

De acordo com Weatherwax (1922), a capacidade de expansão pode ser definida como uma explosão provocada pela expansão, sob pressão, da umidade contida nos grânulos de amido. Assim, o valor do milho-pipoca como cultura depende fundamentalmente de sua qualidade, que é determinada pela capacidade de expansão (NASCIMENTO; BOITEUX, 1994). Existe uma correlação positiva entre qualidade e capacidade de expansão, ou seja, grãos que apresentam maiores valores de capacidade de expansão possuem maior maciez e melhor textura. Números de grãos sem estourar são indicadores de qualidade, quanto maior o número de piruás (grãos sem estourar) pior será a qualidade da pipoca. Paterniani e Viegas (1987) citaram que os grãos do tipo duro (“flint”) tem a capacidade de estourar, embora de maneira muito reduzida. E, somente o milho-pipoca oferece, depois de “estourado”, características tais que fazem com que seja muito apreciado pela sua maciez e sabor.

Acredita-se que a capacidade de expansão seja afetada por várias propriedades físicas e químicas dos grãos. Entre as físicas se destacam, as injúrias mecânicas sofridas pelo pericarpo e endosperma, causadas pelo manuseio inadequado durante colheita, secagem, beneficiamento e armazenagem. Quanto às propriedades químicas, o arranjo dos grânulos de amido (farináceo ou vítreo), espessura do pericarpo, porcentagem de umidade, assim como a composição química de amilose no endosperma.

A expansão deve-se à resistência causada pela espessura do pericarpo, assim como sua integridade, associada à presença de óleo, umidade e amido. Durante o aquecimento ocorre a expansão do endosperma, elevando gradualmente a pressão interna do grão, que poderá atingir 930,8 kPa quando a temperatura atingir aproximadamente 180°C, momento em que ocorre a explosão (RUFFATO et al., 2000). Danos no pericarpo, mesmo superficiais, podem ocasionar no grão, menor suporte de pressão, refletindo em reduções drásticas na capacidade de expansão.

O endosperma é composto de duas partes: uma cristalina dura (vítreo) e outra, opaca, de amido mole (farináceo). Há uma forte correlação entre a capacidade de expansão e a densidade do grão, que por sua vez está correlacionada com a quantidade de amido duro, isto é, quanto mais cristalino o grão, maior a sua capacidade de expandir. Segundo Bandel (1987) o endosperma do milho pipoca é quase totalmente formado por amido duro. Sendo esse tipo de amido um dos caracteres que permitem o pipocamento (ROBBINS JÚNIOR; ASHMAN, 1984). Os grânulos cristalinos de amido do endosperma vítreo têm formato poligonal, o que permite um arranjo compacto, graças a uma matriz de proteína, de modo que não existam espaços vazios onde o ar possa passar.

A composição química do endosperma do milho-pipoca é um fator que pode afetar a capacidade de expansão. Conhecido botanicamente como uma cariopse, o grão de milho-pipoca é formado por três principais estruturas físicas: endosperma, gérmen, pericarpo. O endosperma representa aproximadamente 83% do peso seco do grão e consiste principalmente de amido (88%). Nele estão também presentes as proteínas de reserva (8%) do tipo prolaminas, chamadas zeínas.

Como as informações sobre a caracterização química de milho-pipoca no Brasil ainda são incipientes, é necessário o uso de técnicas eficientes e

rápidas que facilitem a avaliação da capacidade de expansão. Sendo assim, a espectrometria no infravermelho próximo pode ser aplicada.

Por meio desta ferramenta são obtidas informações qualitativas e quantitativas dos constituintes químicos da biomassa decorrente da interação da onda eletromagnética do infravermelho próximo com a amostra (PASQUINI, 2003).

Do exposto, objetivou-se com esse trabalho identificar progênies com diferentes valores de capacidade de expansão pela técnica de Espectrometria no infravermelho próximo (NIR) e associar a dispersão dos grânulos de amido, teor de amilose (%) e espessura do pericarpo às progênies com diferentes valores de capacidade de expansão.

## 2 REFERENCIAL TEÓRICO

### 2.1 Classificação botânica e Origem

O milho-pipoca (*Zea mays L.*) pertence à família Poaceae, subfamília Panicoideae, tribo Maydeae, gênero *Zea*, espécie *mays*. É uma cultura alógama, com praticamente 100% de fecundação cruzada (PATERNIANI; CAMPOS, 2005).

Quando comparado ao milho comum, o milho-pipoca apresenta em geral grãos menores, menor vigor, maior suscetibilidade a pragas, a doenças, ao acamamento e ao quebramento do colmo, conseqüentemente, menor produtividade. Porém, a maior diferença é sua capacidade de expandir (LARISH; BREWBAKER, 1999). A expansão ocorre quando o grão é submetido à pressão de 930,8 kPa decorrente do aquecimento em torno de 177 °C (HOSENEY; ZELEZNAK; ABDELRAHMAN, 1983).

A coloração dos grãos pode variar entre amarelo, branco, rosa, roxo, preto, azul, creme e alaranjado. Quanto ao formato pode ser do tipo arroz, que são longos e delgados, com pontas agudas nas extremidades ou do tipo pérola, que são redondos e com uma extremidade suave. Os tipos de maior aceitação comercial são os de grãos redondos, tipo pérola, com endosperma amarelo alaranjado (ZIEGLER; ASHMAN, 1994).

Geralmente as plantas de milho-pipoca são mais prolíficas, superprecoces na maturação e na secagem dos grãos. Além de produzirem perfilhos com maior frequência, têm um sistema radicular menos desenvolvido, sofrem maior dano com o ataque de larvas de diabrótica e nematoides, tornando a planta mais suscetível, também, ao acamamento e à seca (FANTIN; SAWAZAKI; BARROS, 1991).

Segundo Galinat (1977) há várias hipóteses quanto à origem genética do milho-pipoca. Paterniani e Viegas (1987) afirmam que nenhuma delas é passível e de aceitação definitiva.

Segundo Goodman e Smith (1987) existem evidências genéticas e citológicas que comprovam o parentesco entre o milho-pipoca e teosinte. Essas evidências confirmam o fato de que o milho-pipoca e o teosinte apresentam facilidade de intercruzamento, originando descendentes geralmente férteis. Segundo Doebley (1990) é de origem americana, mais precisamente do centro sul do México.

Mangelsdorf e Smith Júnior (1949) descrevem que o primeiro relato de descoberta do milho-pipoca foi um exemplar com data estimada de 2500 a.C. encontrado no sítio arqueológico de 'Bat Cave', Novo México. Mangelsdorf (1974) analisando descobertas arqueológicas de doze sítios, localizados no México e no Sudoeste dos Estados Unidos da América, identificou os milhos mais antigos como precursores das raças mexicanas de milho-pipoca Chapalote ou Nal-tel, não havendo indícios de que o teosinte seja o genitor silvestre do milho.

Segundo Erwin (1949) o milho-pipoca surgiu de uma mutação do milho comum (tipo duro 'flint'). Porém, esta hipótese é pouco provável, pois segundo Zinsly e Machado (1987) a característica de expansão é condicionada por vários genes (poligênico).

## **2.2 Milho-pipoca no Brasil**

O milho-pipoca apesar de sua popularidade no Brasil, sempre teve seu processo de produção e comercialização muito pouco estudado. Ligado às tradições populares do interior, durante muito tempo a produção foi voltada para o atendimento de necessidades regionais ou locais.

O consumo brasileiro tem aumentado exponencialmente, mostrando um mercado promissor que só cresce no país e que depende da importação para atender a sua demanda de consumo. É um produto utilizado para o consumo humano, muito apreciado e popular, cuja demanda concentra-se principalmente nos meses de maio, junho e julho.



As variedades brasileiras mostram qualidade inferior quando comparadas com as norte-americanas, essas apresentam elevados índices de capacidade de expansão.

O milho-pipoca apresenta condições e épocas de cultivo semelhantes às do milho comum. Os principais problemas da cultura observados no Brasil são: acamamento e quebramento do colmo, agravado pela necessidade de colheita dos grãos com umidade abaixo de 18%; podridão de grãos causada pelo excesso de chuva no período pós-maturação; alta severidade de doenças foliares, exigindo intenso controle químico; ataque de lagarta no cartucho e na espiga, demandando várias aplicações de defensivos agrícolas; danos mecânicos na colheita e secagem do grão; armazenamento em condições inadequadas para conservação da umidade dos grãos; prolificidade; espigas menores situadas em uma posição mais alta. Isto se deve ao fato dos caracteres agrônômicos serem considerados menos importantes que os caracteres de qualidade sofrendo menor pressão de seleção. As populações apresentam ainda, grande depressão por endogamia, dificultando a obtenção de linhagens e baixa capacidade de expansão.

No Brasil, de acordo com o Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística - IBGE (2014), sabe-se que os municípios de Campo Novo do Parecis (MT) e Nova Prata (RS) são atualmente, os maiores produtores de milho-pipoca. Isso se deve pelo cultivo ocorrer principalmente por meio de um sistema integrado de produção, ou seja, as empresas além de fornecerem sementes de qualidade e assistência técnica aos produtores garantem a compra do produto para então, ser processado, embalado e vendido. Segundo Sawazaki et al. (2003) o consumo vem aumentando a cada ano, sendo esta demanda suprida em maior proporção por sementes de híbridos norte-americanos, registrados por empresas empacadoras, que fornecem as sementes aos produtores cooperados.

As pesquisas brasileiras encontram-se restritas a poucos pesquisadores de instituições públicas e, algumas empresas privadas produtoras de sementes. O

lançamento dos híbridos IAC-112 em 1988 e do IAC-125 em 2006 pelo Instituto Agrônômico de Campinas, surtiram efeito imediato, e dessa forma provocou uma redução na importação de sementes provenientes de híbridos americanos (SCAPIM et al., 2006).

Com o desenvolvimento desses híbridos ocorreu uma diminuição da dependência de sementes importadas, mas não o suficiente para se tornar independente da importação de híbridos americanos.

### **2.3 Capacidade de expansão**

A capacidade de expansão corresponde à relação entre o volume de pipoca e o volume de grãos de milho, podendo ser expresso em volume/volume (mL/mL) ou volume/gramas (mL/g), sendo a amostra em peso mais precisa, devido à comercialização dos grãos ser feita por peso, e o produto final vendido pelo volume (EMATNÉ, 2011). Já a relação volume/volume além de se obter menores valores de capacidade de expansão está sujeita a maiores variações devido à falta de precisão ao se medir o volume da amostra.

Galvão et al. (2000) afirmam que uma boa variedade de milho-pipoca deve ter capacidade de expansão acima de  $21 \text{ mL g}^{-1}$  e que valores acima de  $26 \text{ mL g}^{-1}$  indicam excelente pipoca. Segundo Green e Harris (1960), populações com capacidade de expansão menor que  $25 \text{ mL g}^{-1}$  são consideradas pobres. Já para Matta e Viana (2001), valores entre  $25 \text{ mL g}^{-1}$  e  $30 \text{ mL g}^{-1}$  são considerados como regular de  $30 \text{ mL g}^{-1}$  a  $35 \text{ mL g}^{-1}$  são valores bons e acima de  $35 \text{ mL g}^{-1}$  são classificadas como excelentes. Pacheco, Castoldi e Alvarenga (1996) concluíram que para a comercialização de uma população é necessário que ela apresente valores de capacidade de expansão de no mínimo  $15 \text{ mL g}^{-1}$ . Nobre et al. (2000) citaram que a comercialização deverá ser feita, quando o milho apresentar capacidade de expansão acima de  $15 \text{ mL g}^{-1}$ , pois abaixo deste valor a pipoca apresenta-se muito rígida e com vários grãos sem “estourar”.

O preparo dos grãos para determinação da capacidade de expansão é um fator muito importante. As amostras devem ser uniformes quanto à umidade e com mínimo de dano mecânico, além disso, os grãos devem estar bem desenvolvidos e íntegros eliminando das amostras os grãos mal granados, carunchados e atacados por fungos. Segundo Krug, Conagin e Junqueira (1996), teores de umidade situados entre 10,2 e 13,4% são os mais adequados para obtenção do índice máximo de capacidade de expansão.

Green e Harris (1960) descreveram que a capacidade de expansão é afetada principalmente pelo teor de umidade dos grãos, mas, também, por outros fatores, como grau de dano no pericarpo e endosperma e pelo método de secagem. Os autores recomendam avaliar a capacidade de expansão quando o teor de umidade está entre 13 e 14%.

Existem dois métodos para a avaliação da capacidade de expansão, a pipoqueira de ar quente e o aparelho de microondas. Segundo Ematné (2011), são obtidos bons resultados utilizando microondas doméstico para pipocar e proveta graduada para as medições do volume. Matta e Viana (2001) citaram que tanto a pipoqueira quanto o microondas são sistemas eficientes, recomendando para o aparelho de microondas um tempo de 140 segundos para uma amostra de 10 gramas e 220 segundos para uma amostra de 30 a 90 gramas.

O número de grãos sem estourar, além da capacidade de expansão, também pode ser usado como parâmetro para avaliação da qualidade do milho-pipoca, já que os consumidores consideram uma boa pipoca aquela que deixa poucos grãos sem estourar. A importância em estimar a capacidade de expansão está na existência de uma forte correlação positiva entre este índice e a qualidade da pipoca. Ou seja, quanto maior a capacidade de expansão maior a maciez e textura da pipoca.

## 2.4 Capacidade de expansão

A cultura do milho-pipoca no Brasil vem recebendo maior atenção pelos melhoristas e produtores nos últimos tempos. Como o mercado de produtos agrícolas é um fator determinante no rumo da agricultura, seu cultivo tende a aumentar ainda mais em razão do crescente consumo (MATTA; VIANA, 2001).

No melhoramento de milho-pipoca deve-se levar em consideração, além da produtividade, aspectos relacionados à qualidade da pipoca, como textura e maciez. A alta capacidade de expansão que confere à pipoca textura e maciez, interessa ao consumidor e ao agricultor a alta produtividade.

Devido ao seu grande potencial, o milho-pipoca vem despertando o interesse de diversos pesquisadores, não só pelos aspectos relacionados à tecnologia de produção, incluindo o desenvolvimento de variedades melhoradas e híbridas, mas também pelo processamento industrial (VILARINHO et al., 2002).

A capacidade de expansão e o rendimento de grãos por atenderem às necessidades do consumidor e do produtor são de interesse para o melhoramento de plantas. Porém, diversas citações destacam a capacidade de expansão como caráter correlacionado negativamente com a produtividade (ANDRADE, 1996). Esse fato relatado na literatura assume grande importância, já que o melhorista está interessado na melhoria de um conjunto de caracteres (CRUZ; REGAZZI, 2001).

Segundo Ematné (2011) há um reduzido número de cultivares de milho-pipoca e de programas de melhoramento genético trabalhando com a cultura no país. Foi o Instituto Agrônomo de Campinas (IAC), que iniciou os primeiros trabalhos de melhoramento genético com a cultura do milho-pipoca no Brasil.

Com o objetivo de obter híbridos superiores e com elevada capacidade de expansão e produção, em 1988 foi lançado o IAC-112, um híbrido simples modificado proveniente de ciclos de seleção massal. O destaque desse híbrido se

deu a partir da década de 1990, quando começou a ser produzido em escala comercial para atendimento de uma parceria entre empresa e produtor (SAWAZAKI, 2001). Em 2006 foi lançado o IAC-125 com grande aceitação no mercado.

Barreto et al. (2012) relataram que no ano agrícola 2010/2011 no mercado nacional estavam disponíveis apenas sementes de três híbridos de milho-pipoca, o Zélia, o IAC 112 e o IAC 125. Dada à pequena quantidade de cultivares disponíveis no mercado nacional é de suma importância o melhoramento genético visando à obtenção de novas cultivares que reúnam características agrônomicas desejáveis e adaptadas às mais variadas condições edafoclimáticas. Segundo Sawazaki (2010), consultando as empresas de sementes, constatou-se que foram disponibilizados na safra de verão e na safrinha de 2009/10, cerca de 73.000 kg de sementes dos híbridos nacionais (IAC 112 e IAC 125).

A EMBRAPA lançou a variedade BRS Ângela, oriunda de 6 ciclos de seleção recorrente do composto CMS-43 (PACHECO et al., 2000). Esta é uma variedade produtiva e com boa qualidade de pipoca, apesar de seus grãos serem brancos, limitando sua difusão no mercado (SAWAZAKI, 2001).

O melhoramento de milho-pipoca vem sendo trabalhado por instituições públicas, como a Universidade Federal de Lavras, Universidade Federal de Viçosa, Fundação Estadual de Pesquisa Agropecuária (FEPAGRO), Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro (UENF) e a Universidade Estadual de Maringá. Além dessas, a Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária – Embrapa Milho e Sorgo que iniciou seus trabalhos em meados da década de 1970. Entre as instituições privadas, destaca-se a Pioneer, que lançou o híbrido triplo Zélia, quase que simultaneamente com o IAC-112 (SAWAZAKI, 2001).

Devido à imprecisão em se obter os valores de capacidade de expansão, os programas de melhoramento existentes necessitam de dados mais consistentes, e para isso o uso de técnicas eficientes são valiosas para diminuir esse problema.

## 2.5 Espectrometria no infravermelho próximo (NIR)

A espectrometria é um termo atribuído pela Física e Química para todas as técnicas de obtenção de dados através da radiação incidente em uma amostra. Átomos e moléculas transmitem, refletem e absorvem a radiação de maneira diferente, sendo possível a obtenção de um padrão espectral único (FERNANDES, 2015).

A técnica é baseada na absorção de radiação eletromagnética em comprimentos de onda na faixa de 780 – 2500 nm de espectro eletromagnético da luz. Seus espectros resultam da vibração e consequente absorbância, principalmente em ligações Carbono-Hidrogênio (C-H) Oxigênio - Hidrogênio (O-H), Enxofre – Hidrogênio (S – H) e Nitrogênio – Hidrogênio (N – H), presentes em compostos naturais e em alimentos.

Os componentes básicos incluem fonte, seletor de comprimento de onda, recipiente de amostra, detector, transdutor e processador (VALDERRAMA, 2005).

Após interação com o material, fotodetectores registram a intensidade da luz e produzem um espectro de absorbância, reflectância ou transmitância, dependendo do modo de funcionamento do equipamento. A reflectância difusa, mais comumente usada na espectroscopia NIR, é utilizada em amostras em que a variação do comprimento de onda varia entre 1.100 até 2.500 nm, enquanto a transmitância é medida de 800 a 1.100 nm.

A espectrometria NIR baseia-se na aplicação da matemática à química analítica (quimiometria). De acordo com Wold e Sjöström (1998), a quimiometria pode ser definida como a ciência que utiliza, em conjunto, os métodos matemáticos, estatísticos e informáticos, com a finalidade de

obter informações quimicamente relevantes a partir dos dados químicos medidos e representar essa informação.

Dentro da quimiometria, a calibração multivariada ganhou ênfase para tratamento de dados espectrais. De acordo Burns e Ciurczak (2008) as principais técnicas de análise multivariada utilizada para a elaboração de modelos são: regressão linear múltipla (MLR), regressão por componentes principais (PCR), análise por componentes principais (PCA) e mínimos quadrados parciais (PLS).

A regressão PLS-DA é usada para análises qualitativa. Nesse caso, tanto a matriz das variáveis independentes  $X$  como a das variáveis dependentes  $Y$  são combinações lineares obtidas via componentes principais (GELADI; KOWALSKI, 1986).

Os dados espectrais devem ser corrigidos devido às inúmeras interferências que ocorrem. De acordo com Siesler et al. (2002) o pré-tratamento espectral consiste na utilização de técnicas que permitem reduzir, eliminar ou padronizar o impacto desses fatores não desejáveis nos espectros, sem alterar a informação espectroscópica contida neles. São exemplos de pré-tratamentos: filtro de média móvel, derivada de Savitsky-Golay (MALINOWSKI, 1991), alisamento e correção do fator multiplicativo do sinal (MSC) (PANTOJA, 2006).

De acordo com Viana (2008) a técnica do NIR pode prever, qualitativa ou quantitativamente determinadas substâncias baseando-se no princípio de comparação dos resultados obtidos em laboratório com os espectros obtidos pelo aparelho. Dessa forma, exige calibração por meio de amostras de composição conhecida, determinadas nos laboratórios pelos métodos tradicionais. Depois de calibrado o modelo para uma determinada propriedade, a acurácia de calibração deve ser testada em um processo denominado validação. A validação do modelo pode ser realizada de duas

maneiras, a saber: validação externa e validação cruzada (MARTENS; NAES, 1996).

Na validação externa o conjunto de amostras usado é diferente do conjunto da calibração (SOTELO, 2006).

Já na validação cruzada, as amostras são as mesmas usadas no teste de calibração. Algumas amostras são separadas, um modelo é construído com as amostras restantes e a previsão (validação externa) é feita em relação às amostras separadas inicialmente (VIANA, 2008).

As aplicações mais comuns da técnica do NIR incluem análises farmacêuticas, agrícolas, poliméricos e clínicos. Essa técnica permite prever o conteúdo de praticamente qualquer nutriente de forma rápida, com bom grau de precisão e custo operacional relativamente baixo. Em sementes, esta técnica foi utilizada para a discriminação de cultivares de mamona (SANTOS et al., 2014), aveia (LEMONS E SILVA et al., 2008) e arroz (KONG et al., 2013) e na seleção de sementes com baixo e alto teor de óleo em mamona (FERNÁNDEZ-CUESTA; FERNÁNDEZ-MARTÍNEZ; VELASCO, 2012) e milho (MITTELMANN et al., 2006). Em sementes de espinafre o NIR foi eficiente na predição da germinação de sementes de diferentes tamanhos (SHETTY et al., 2012).

A principal vantagem é a possibilidade de análise mantendo as amostras intactas, diminuindo custos e apresentando resultados confiáveis em tempo reduzido (15 a 90 segundos), não necessitando de preparação de amostra, aplicabilidade para amostras em diversos estados (sólido, líquido e gasoso), precisão, possibilidade de se realizar medições em linha de produção e possibilidade de se determinar vários constituintes simultaneamente. Já quanto às limitações, esta técnica depende da performance estatística dos métodos de referência por ocasião da calibração.



## 2.6 Microscopia eletrônica de varredura e Composição química

O grão de milho é uma cariopse, composto basicamente pelo endosperma, embrião e pericarpo, diferindo consideravelmente em sua estrutura e composição química.

O pericarpo representa cerca de 5% do grão, sendo o responsável pela proteção a fatores como alta umidade, insetos e microrganismos. É composto por uma camada de material fibroso, constituído, principalmente, de polissacarídeos do tipo hemicelulose e celulose, localizado em toda a superfície externa da semente sendo pobre em amido e proteína (PAES, 2006). Proveniente do crescimento das paredes do ovário que revestirão a semente é um tecido materno independente da fertilização (JOSÉ et al., 2005).

O embrião representa aproximadamente 11% do grão, e assim como o pericarpo, possui  $2n = 2x = 20$  cromossomos. Essa estrutura apresenta níveis elevados de lipídeos e proteínas e baixa porcentagem de amido. O endosperma é um tecido triploide, composto basicamente por proteínas e amido, os quais representam, respectivamente, 9,4% e 86,4% do grão seco. Para Davide (2009) o amido encontrado no endosperma é sintetizado a partir da sacarose, que é translocada para o endosperma em desenvolvimento e convertida em glicose-1-fosfato. Essa é incorporada em ADP glicose e polimerizada em amilose (20-30%) e amilopectina (70-80%), que são empacotadas como grânulos cristalinos nos amiloplastos e envolvidas por uma matriz proteica, o estroma (LOPES; LARKINS, 1993; SOAVE; SALAMINI, 1984).

Segundo Ramalho, Santos e Pinto (2012) o endosperma representa mais de 80% do grão seco e sua origem está ligada à dupla fertilização, sendo um fenômeno biológico onde ocorre a fusão de dois núcleos polares com um núcleo reprodutivo do grão de pólen. Lookhart (1991) citou que os

grãos de milho são constituídos por proteínas e carboidratos (75%), e entre este, o amido é o maior componente. Contribuindo em aspectos texturais nos alimentos e também apresentando inúmeras aplicações industriais como estabilizador de sistemas coloidais e agente geleificante, o amido apresenta grande importância (WANG et al., 2000).

O amido se apresenta na forma de grânulos com tamanho variável, é um homopolissacarídeo composto pelas macromoléculas amilose e amilopectina (Figura 1). A amilose é formada de um polímero linear formado de 250 a 300 resíduos de D-glicopiranoose, ligados por pontes glicosídicas  $\alpha$  (1-4), que tendem a assumir um arranjo helicoidal que consiste de cadeias lineares, porém algumas evidências sugerem a presença de algumas ramificações nesse polímero (LIU, 2005). Embora ilustrada tipicamente por uma estrutura linear de cadeia, a amilose é frequentemente helicoidal. O interior da hélice contém átomos de hidrogênio, permitindo que a amilose forme complexos com ácidos graxos livres com componentes glicerídios dos ácidos graxos, com alguns alcoóis e com o iodo, formando com este, um complexo de coloração azul (THOMAS; ATWEL, 1999).

Já a amilopectina, uma macromolécula, menos hidrossolúvel que a amilose, constituída de aproximadamente 1400 resíduos de  $\alpha$ -glicose ligada por pontes glicosídicas  $\alpha$ -1,4, ocorrendo também ligações  $\alpha$ -1,6, que dão a ela uma estrutura ramificada (MUA; JACKSON, 1997). A amilopectina constitui, aproximadamente, 70 - 75% dos polissacarídeos existentes no grão de amido e a amilose 25% - 30% (RIDOUT et al., 2002).

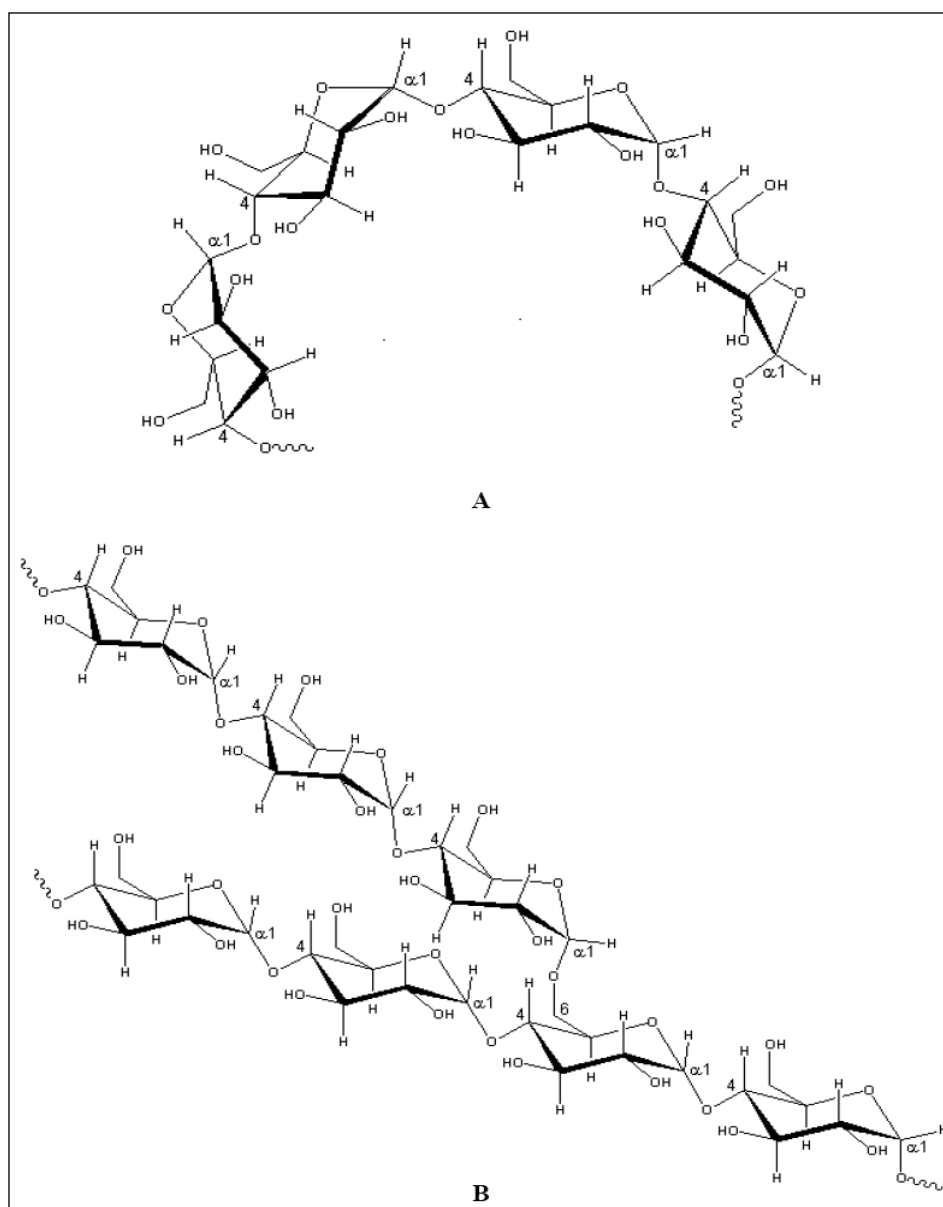


Figura 1 A Estrutura da amilose [polímero linear composto por unidade de D-glicose unidas em ligações  $\alpha$ -(1-4)]. B. Estrutura da amilopectina [polímero ramificado composto por unidades de D-glicose unidas em ligações  $\alpha$ -(1-4) e  $\alpha$ -(1-6)]

Fonte: Adaptado de Lajolo e Menezes (2006)

Com base na distribuição dos grânulos de amido o endosperma é classificado em dois tipos, farináceo e vítreo. O endosperma farináceo é importante por reter água, que é o combustível para estouro do grão. Neste tipo de endosperma os grânulos de amido são arredondados e estão dispersos, não havendo matriz proteica circundando essas estruturas, o que resulta em espaços vagos durante o processo de secagem do grão, a partir dos espaços onde antes era ocupado pela água, durante o desenvolvimento do grão. Com a perda de umidade do grão durante o processo de maturação fisiológica da planta, o endosperma macio e farináceo reduz o seu volume, o que permite a identificação visual do mesmo, devido ao enrugamento do endosperma no ápice da semente (DAVIDE, 2009).

Já no endosperma vítreo, a matriz proteica é densa, com corpos proteicos estruturados, que circundam os grânulos de amido de formato poligonal, não permitindo espaços entre essas estruturas (PAES, 2006).

Nos grãos maduros, grânulos com superfície lisa e formato esférico estão presentes no endosperma farináceo, enquanto que superfícies irregulares e formatos mais angulares podem ser encontrados no endosperma vítreo. Quanto ao tamanho, os grânulos menores podem ser observados no endosperma vítreo e os maiores no endosperma farináceo (SMITH; BETRÁN; RUNGE, 2004).

É observado que mesmo em linhagens, ocorre variação na proporção do endosperma farináceo entre grãos de uma mesma espiga, nesse caso o ideal seria a seleção de materiais com 100% de endosperma vítreo o que contribuiria para a redução e uniformidade do endosperma farináceo nos grãos dos híbridos comercializados. Porém, muito pouco se sabe sobre a composição química do endosperma de milhos-pipoca existentes no mercado.

A Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) é utilizada tanto para a pesquisa básica como aplicada. Essa técnica permite a observação e a caracterização de diferentes tipos de materiais, a partir da emissão e interação de

feixes de elétrons sobre uma amostra, sendo possível caracterizá-los do ponto de vista de sua morfologia e sua organização ultraestrutural. A utilização do MEV como técnica complementar mostra-se de grande importância e versatilidade, tanto para o estudo da microestrutura, possibilitando a obtenção de imagens com alta resolução. Segundo Alves (2007) a microscopia eletrônica de varredura é uma técnica que tem sido estimulada, devido aos grandes avanços proporcionados no entendimento do arranjo dos grânulos de amido no endosperma.

### **3 MATERIAL E MÉTODOS**

#### **3.1 Localização do experimento**

As progênes foram obtidas na área experimental do Departamento de Biologia da Universidade Federal de Lavras (UFLA), na região sul do estado de Minas Gerais, a 910 metros de altitude, 21º 45'S de latitude e 45º 00'W de longitude. As análises de espectrometria no infravermelho próximo (NIR), microscópicas e químicas foram realizadas respectivamente nos Laboratórios de Análise de Sementes (Departamento de Agricultura), Microscopia Eletrônica (Departamento de Fitopatologia) e Análise de Alimentos (Departamento de Ciências dos Alimentos) da Universidade Federal de Lavras.

#### **3.2 Progênes utilizadas**

Foram utilizadas progênes do quinto ciclo (C5) de seleção recorrente intrapopulacional de milho pipoca quanto à capacidade de expansão, do programa de Genética e Melhoramento de Plantas da Universidade Federal de Lavras- MG.

#### **3.3 Capacidade de expansão**

A seleção das progênes foi realizada com base na capacidade de expansão das mesmas. Os valores foram obtidos pela razão entre o volume da pipoca expandida e o peso dos grãos de acordo com o método descrito por Matta e Viana (2001). Para facilitar o entendimento, as capacidades de expansão serão consideradas como tratamento conforme descrito na tabela 1.

Tabela 1 Tratamentos com seus respectivos valores de capacidade de expansão UFLA, LAVRAS, MG, 2015

Capacidade de expansão (mL g <sup>-1</sup> )	Tratamentos
0	1
3	2
7	3
10	4
20	5
23	6
30	7
31	8
33	9
35	10

### 3.4 Espectrometria no infravermelho próximo (NIR)

Para avaliar a utilização do NIR e estabelecer modelos quimiométricos para a associação da capacidade de expansão por meio da espectroscopia do infravermelho próximo, foram utilizadas vinte sementes de cada tratamento (1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 e 10), usando espectrômetro Bruker modelo Tensor 27. Os espectros foram correlacionados comparados com os valores de capacidade de expansão por meio de um estudo de correlação.

Os espectros foram obtidos por reflectância total atenuada (RTA) a 45° com cristal de seleneto de zinco na região espectral de 4000 a 10.000 cm<sup>-1</sup>.

Os dados espectrais foram organizados em uma matriz de dados X (n x p), com p medidas experimentais (absorbância em cada comprimento de onda) obtidas para n amostras. Os espectros passaram por pré-processamento usando-se a correção multiplicativa de sinais.

Foi construído um modelo para estimar as capacidades de expansão das amostras a partir dos dados espectrais. O modelo foi obtido por calibração multivariada através de regressão por mínimos quadrados parciais (PLS-DA). Na etapa de calibração foram utilizadas 2/3 das amostras. Para

testar a capacidade preditiva do modelo foram utilizadas 1/3 das amostras. O número de variáveis latentes do modelo foi otimizado por validação cruzada. Os cálculos foram realizados no *software Chemoface* (NUNES et al., 2012).

### **3.5 Porcentagem de amilose**

O teor de amilose foi determinado nos tratamentos (1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10) pelo método colorimétrico com iodo, conforme método descrito por McGrane, Cornell e Rix (1998).

### **3.6 Microscopia eletrônica de varredura**

Para o estudo ultraestrutural, foi utilizado o microscópio eletrônico de varredura LEO Evo 40 do Laboratório de Microscopia Eletrônica e Análise Ultraestrutural da UFLA.

Devido ao custo para obtenção das imagens, foram escolhidos alguns tratamentos representativos. Para o arranjo dos grânulos de amido os tratamentos (1, 3) representativos dos valores de baixa capacidade de expansão e os tratamentos (7, 10) representativos dos valores de alta capacidade de expansão. As escolhas dos tratamentos (1, 3, 4, 5, 7 e 10) para medição do pericarpo foram feitas com o objetivo de amostrar todas as classes de expansão obtidas no experimento.

No preparo das amostras, todos os grãos foram cortados ao meio. Após obter os fragmentos, esses foram preparados de acordo com o procedimento empregado por Alves (2004). A obtenção das imagens foi feita nas mesmas regiões em todos os grãos (Figura 2).



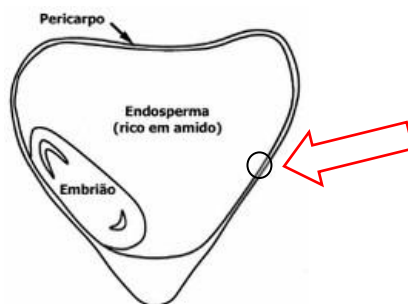


Figura 2 Corte longitudinal de um grão de milho pipoca. A seta indica a região utilizada para obtenção das imagens do arranjo dos grânulos de amido e espessura do pericarpo

Fonte: Silva (2015)

### 3.7 Delineamento experimental e Análise estatística

Utilizou-se o delineamento blocos casualizados (DBC), com três repetições para a porcentagem de amilose, e o delineamento inteiramente casualizado (DIC), com duas repetições para a espessura de pericarpo ( $\mu\text{m}$ ). As análises de variância foram efetuadas utilizando o uso do *software GENES* (CRUZ, 2001). As médias foram agrupadas pelo teste de Scott e Knott (1974), a 5% de probabilidade, com o uso do mesmo *software*.

Foi obtida a estimativa da correlação classificatória de Sperman (STEEL; TORRIE, 1980) entre cada valor de capacidade de expansão ( $\text{mL g}^{-1}$ ) com seu respectivo teor de amilose (%), utilizando o *software SAS* (SAS INSTITUTE INC, 2000).

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 Arranjo dos grânulos de amido

A morfologia dos arranjos dos grânulos de amido em tratamentos com diferentes valores de capacidade de expansão, em microscopia eletrônica de varredura estão representadas na Figura 3.

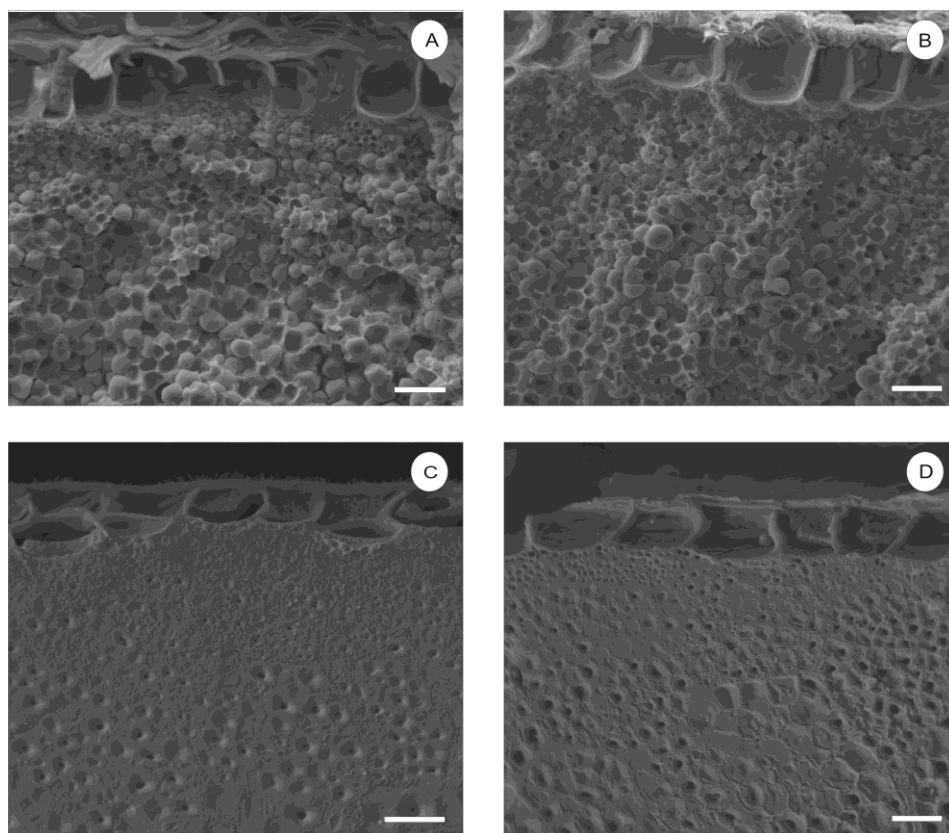


Figura 3 Micrografia eletrônica de varredura mostrando o arranjo dos grânulos de amido em endosperma dos tratamentos 1 (A), 3 (B), 7 (C) e 10 (D). As imagens foram obtidas em um aumento de 1350 vezes. A escala utilizada foi de 20 $\mu$ m. UFLA, LAVRAS, MG, 2015

Na Figura 3, observou-se que os tratamentos 1 ( $0 \text{ mL g}^{-1}$ ) e 3 ( $70 \text{ mL g}^{-1}$ ), com valores de baixa capacidade de expansão apresentaram endosperma com grânulos de amido individualizados e com espaços vazios entre si. De acordo com Paes (2006) no endosperma do tipo farináceo, os grânulos de amido estão dispersos, não havendo matriz proteica circundando essas estruturas, o que resulta em espaços vagos durante o processo de secagem do grão, a partir dos espaços onde antes era ocupado pela água durante o desenvolvimento do grão. O endosperma do milho tipo farináceo, de aspecto opaco, é representado por uma estrutura de amido muito mole e com a presença de espaços aéreos, resultando em grãos com baixa densidade (DOMBRINK-KURTZMAN; BIETZ, 1993; OLIVEIRA, 2007).

Grânulos com formato esférico, maiores e menos agregados, localizam-se no endosperma farináceo, imagens A e B da figura 4, enquanto que formatos mais angulares, menores e mais agregados podem ser encontrados em endosperma vítreo (DAVIDE, 2009; HOSENEY, 1991; SMITH; BETRÁN; RUNGE, 2004) imagens C e D da figura 4. De acordo com Pereira (2006) as cultivares de endosperma duro e semiduro apresentaram os maiores valores de densidade e também um melhor empacotamento dos grânulos de amido, parede celular com aspecto mais firme e os grânulos de amido com formato poligonal.

Sendo assim, de acordo com as imagens A e B da figura 3, quanto maior a dispersão dos grânulos de amido nos endospermas, menor será o valor da capacidade de expansão do milho pipoca.

Na Figura 3, os tratamentos 7 ( $300 \text{ mL g}^{-1}$ ), e 10 ( $350 \text{ mL g}^{-1}$ ), com valores de alta capacidade de expansão, apresentaram endospermas com grânulos de amido agregados sem espaços vazios entre si. De acordo com Paes (2006) no endosperma vítreo, a matriz proteica é densa, com corpos proteicos estruturados, não permitindo espaços entre essas estruturas. O milho-pipoca constitui-se em um tipo de milho duro, cujo endosperma é formado por uma quantidade mínima de amido mole e a

capacidade de estourar está relacionada à súbita expansão do vapor nos espaços intercelulares do endosperma vítreo (FACHIN, 1991).

Segundo Sawazaki (1995) o grão ideal de milho-pipoca é o que tem maior proporção de endosperma vítreo, sendo o que mais contribui para a expansão quando estourado, e com pequena quantidade de endosperma farináceo. Sendo assim, de acordo com as imagens C e D da figura 4, o endosperma vítreo, onde os arranjos dos grânulos de amido são mais agregados e sem espaços vazios entre si, apresentam maior contribuição na capacidade de expansão.

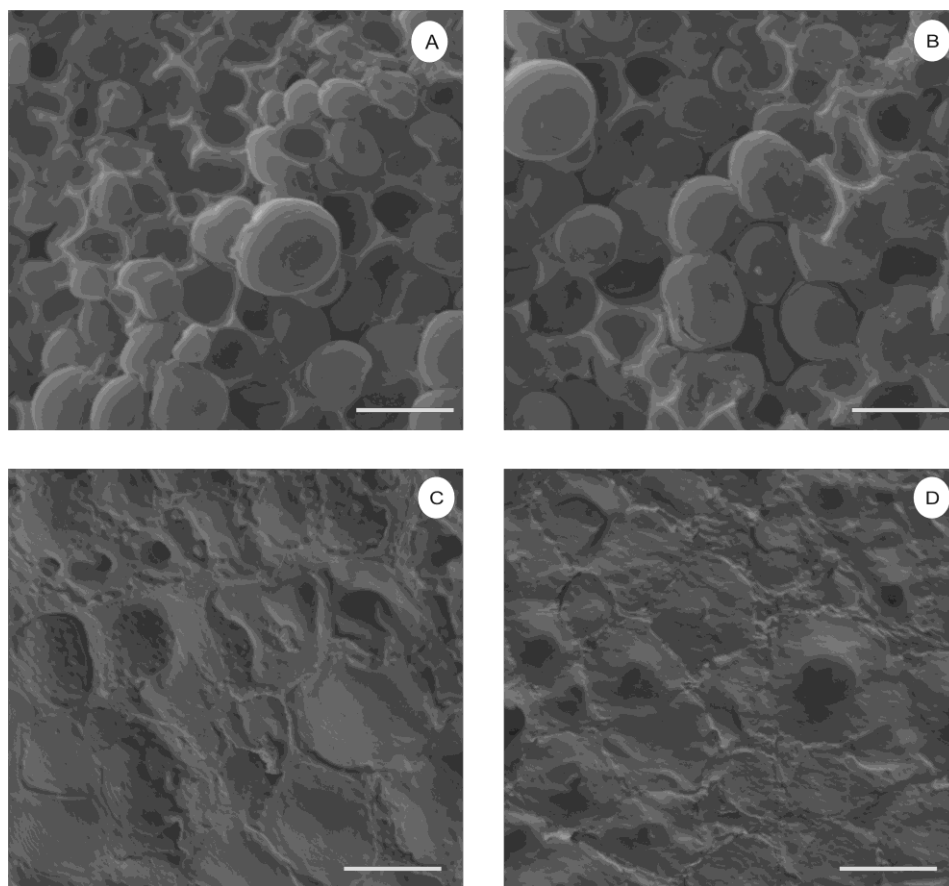


Figura 4 Micrografia eletrônica mostrando o arranjo dos grânulos de amido em endosperma dos tratamentos 1 (A), 3 (B), 7 (C) e 10 (D). As imagens foram obtidas em um aumento de 5000 vezes. A escala utilizada foi de 10 $\mu$ m. UFLA, LAVRAS, MG, 2015

## 4.2 Espessura de pericarpo ( $\mu\text{m}$ ) e porcentagem de amilose

Observaram-se diferenças significativas (Tabela 2) para os tratamentos quanto à porcentagem de amilose e espessura de pericarpo ( $\mu\text{m}$ ). Nessas avaliações foram obtidos valores baixos para o coeficiente de variação (CV= 3,83 e 9,36), indicando boa precisão experimental.

Tabela 2 Resumo da análise de variância das características porcentagem de amilose e espessura de pericarpo ( $\mu\text{m}$ ). UFLA, LAVRAS, MG, 2015

FV	Porcentagem de amilose		Espessura de pericarpo ( $\mu\text{m}$ )	
	GL	QM	GL	QM
Repetição	2	776,87 *	-	-
Tratamentos	9	12,01 *	5	2146,45*
Resíduos	18	0,79	6	43,74
Média	23,23		70,66	
CV (%)	3,83		9,36	

\* significativo a 5% de probabilidade, pelo Teste F.

### 4.2.1 Espessura de pericarpo

Analisando os dados quanto à espessura de pericarpo (Tabela 3), houve diferença para os seis tratamentos em estudo. Os tratamentos 10 e 7 apresentaram os maiores valores e não diferiram entre si, o tratamento 5 apresentou valor intermediário. Os tratamentos 1, 3 e 4 apresentaram os menores valores de espessura de pericarpo.

Os tratamentos com maior espessura de pericarpo 7 (107,66 $\mu\text{m}$ ) e 10 (107,84 $\mu\text{m}$ ) (Figura 5), apresentaram ao longo do estudo, endospermas mais compactados, ou seja, grânulos de amido menos dispersos e valores de maior capacidade de expansão. Os tratamentos 1 (40,94 $\mu\text{m}$ ) e 3 (38,99 $\mu\text{m}$ ) apresentaram menor espessura de pericarpo (Figura 5), endospermas menos compactado e menores valores de capacidade de expansão. Segundo Paes (2006), os grãos de milho-pipoca possuem o pericarpo mais espesso, com o

endosperma predominantemente vítreo. Já Silva et al. (1993) identificaram uma correlação positiva entre a capacidade de expansão e a espessura do pericarpo, bem como a proporção do endosperma com o peso e o volume.

De acordo com Fantin, Sawazaki e Barros (1991) um caráter correlacionado com a capacidade de expansão é a espessura do pericarpo, entretanto, não pode ser avaliado visualmente, precisa de equipamento específico para sua medição.

Segundo Sawazaki (1995) a espessura do pericarpo não é uniforme, é mais fina na coroa do grão e mais grossa nas partes de contato com outros grãos. Sendo assim, para padronizar todos os tratamentos, os valores observados (Tabela 3) foram obtidos em regiões de partes de contato com outros grãos.

De acordo com Oliveira (2010) as características do pericarpo, mais do que as do endosperma, parecem ser mais importantes para o pipocamento, o pericarpo do milho-pipoca é estruturalmente mais organizado do que o pericarpo de milho comum. A maior resistência mecânica do pericarpo do milho-pipoca (aproximadamente quatro vezes maior do que o pericarpo de milho comum) significa que é possível sustentar maior pressão, privilegiando o alto valor de expansão em variedades de pipoca (SILVA et al., 1993). As propriedades mecânicas e térmicas fazem com que o pericarpo atue como um sistema-tampão. Sendo assim, a espessura do pericarpo é um dos fatores mais importantes na capacidade de expansão do milho-pipoca, e quanto maior for essa espessura, maior será o valor da capacidade de expansão.

Tabela 3 Porcentagem de amilose e espessura de pericarpo ( $\mu\text{m}$ ) obtidos em tratamentos com diferentes valores de capacidade de expansão UFLA, LAVRAS, MG, 2015

Tratamentos	Capacidade de expansão ( $\text{mL g}^{-1}$ )	Teor de amilose (%)	Espessura de pericarpo ( $\mu\text{m}$ )
10	35	26,10 a	107,84 a
8	31	25,78 a	-
9	33	24,39 b	-
7	30	23,92 b	107,66 a
6	23	23,82 b	-
5	20	23,69 b	82,22 b
4	10	21,98 c	46,43 c
1	0	21,24 c	40,94 c
2	3	21,20 c	-
3	7	20,18 c	38,99 c

\*Médias seguidas de letras distintas, nas colunas, diferem entre si, pelo teste Scott-knott ( $P \leq 0,05$ ).

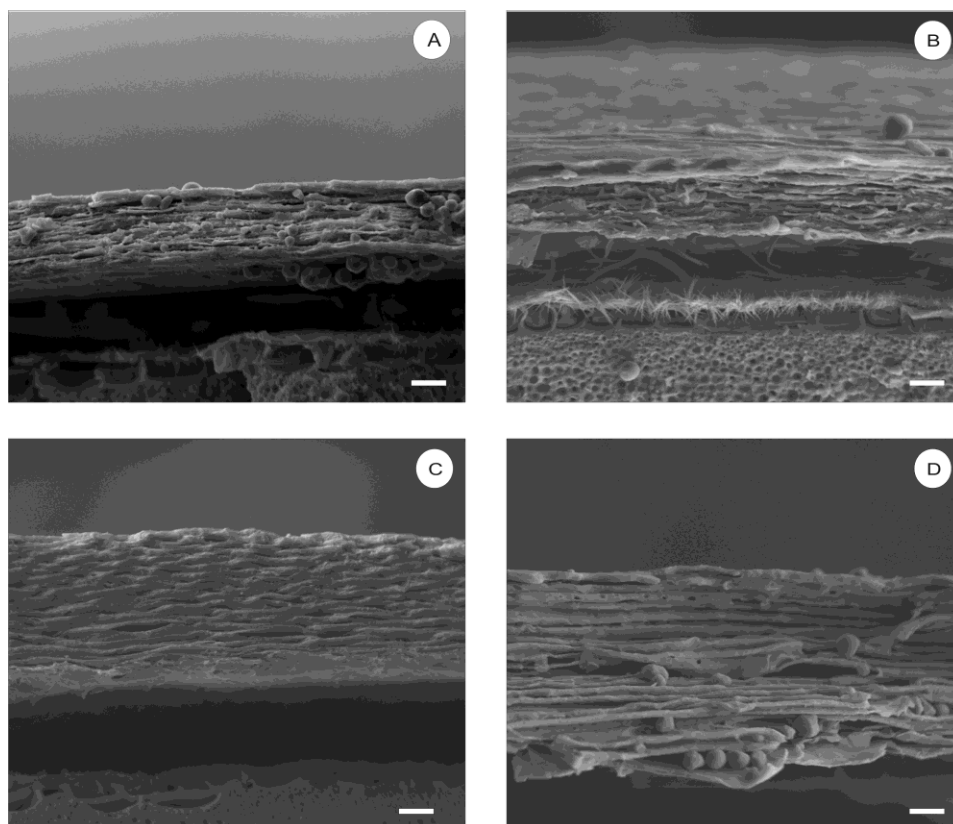


Figura 5 Micrografia eletrônica mostrando a espessura de pericarpo dos tratamentos 1 (A), 3 (B), 7 (C) e 10 (D). As imagens foram obtidas em um aumento de 1350 vezes. A escala utilizada foi de 20  $\mu\text{m}$ . UFLA, LAVRAS, MG.

#### 4.2.2 Porcentagem de amilose

Coincidente com a espessura do pericarpo houve diferença entre os tratamentos em estudo (Tabela 3). Os tratamentos 10 e 8 apresentaram os maiores valores e não diferiram entre si, os tratamentos 5, 6, 7 e 9 apresentaram valores intermediários. Os tratamentos 1, 2, 3 e 4 apresentaram as menores porcentagens de amilose.

Os tratamentos com as maiores porcentagens de amilose 10 (26,20 %) e 8 (25,78%) (Figura 3), apresentaram valores altos de capacidade de expansão. Dentre os tratamentos 5 (23,69 %), 6 (23,82%), 7 (23,92%) e 9 (24,39%), que apresentaram teores intermediários de amilose (%), destaca-se que os tratamentos 7 e 9 apresentaram altos valores de capacidade de expansão e os tratamentos 5 e 6 valores intermediários. Os tratamentos 1 (21,24%), 2 (21,20%), 3 (20,18%) e 4 (21,98%), apresentaram as menores porcentagens de amilose (%) e os menores valores de capacidade de expansão.

Ao ser estimada a correlação de Spearman, observou-se um valor alto e significativo ( $0,95 P \leq 0,01$ ). Isso indica que uma maior capacidade de expansão está associada a um alto teor de amilose (%).

De acordo com Lee et al. (2005) com relação à base química dos grãos com endosperma duro, sabe-se que ela pode ser determinada por variações na composição química, na organização estrutural dos componentes dos grânulos de amido, na camada de proteínas entre os grânulos, na presença de espaços intercelulares e no grau de compactação desses componentes.

O conteúdo de amilose presente no grânulo de amido pode influenciar na dureza do endosperma (DOMBRINK-KURTZMAN; KNUTSON, 1997). O estudo comparou as diferenças entre o conteúdo de amilose em endospermas duro e mole e concluiu que em endosperma duro, a região amorfa periférica do amido é maior; a compressão ocorrida no endosperma duro resulta num maior conteúdo de amilose. Por



outro lado, os grânulos de amido presentes no endosperma mole, que são submetidos a uma compressão menor, apresenta uma maior proporção de amilopectina. Amidos com maior quantidade de amilose apresentam uma maior região amorfa, e conseqüentemente menor região cristalina (SASAKI; YASUI; MATSUKI, 2000).

### 4.3 Espectrometria no infravermelho próximo

Os espectros com comprimento de onda entre  $10000$  a  $4000$   $\text{cm}^{-1}$  obtidos no NIR estão demonstrados na figura 6.

Foram utilizadas as técnicas correção multiplicativa de sinal (MSC) (MARTENS; NAES, 1989) e a derivada primeira como pré-tratamentos espectrais, antes da construção do modelo propriamente dito, e assim, reduzir, eliminar ou padronizar o impacto de fatores não desejáveis nos espectros, sem alterar a informação espectroscópica contida neles.

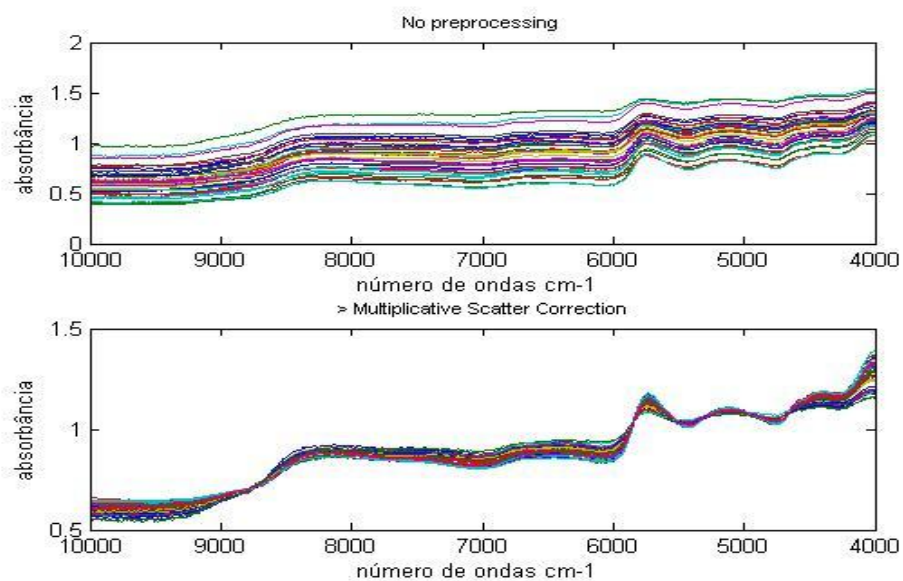


Figura 6 Conjunto de espectros originais (sem transformações matemáticas) de absorbância na região do NIR e espectros NIR após correção multiplicativa de sinal (MSC) e derivada, dos tratamentos (1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 e 10)

Na validação cruzada, a porcentagem de acerto foi de 32,5% (Tabela 4). A porcentagem de acerto da validação cruzada refere-se ao teste em que se retira uma amostra e testa o modelo inúmeras vezes.

Na calibração, a porcentagem de acerto foi superior a 90%. A porcentagem de acerto na calibração refere-se ao total de tratamentos utilizado menos os 25% que foram retirados para validação externa.

Na calibração *y-randomization*, é o teste onde se embaralha as classes e testam-se as amostras. Nesse caso, a porcentagem de acerto foi 10,75%.

Observa-se pelo resultado de predição que o modelo não foi capaz de separar corretamente os tratamentos (Tabela 4). Na predição é onde se testa os 25% das amostras restantes para validar o modelo (validação externa).

Sendo assim, o modelo obtido pela técnica de espectroscopia no infravermelho próximo não foi eficiente para separar os tratamentos de acordo com a capacidade de expansão.

Tabela 4 Porcentagem de acerto para calibração, validação cruzada, validação (*y-randomization*) e predição (validação externa) em tratamentos com diferentes valores de capacidade de expansão. UFLA, LAVRAS, MG, 2015

Capacidade de expansão	
	Acerto (%)
Calibração (Sucesso C)	92,5
Calibração ( <i>y-randomization</i> )	10,75
Validação cruzada (Sucesso CV)	32,5
Predição (Validação externa)	33,6

## **5 CONCLUSÕES**

A técnica de espectrometria no infravermelho próximo (NIR) junto ao método PLS-DA, não se mostrou promissora para associação com a capacidade de expansão.

Os tratamentos com maiores valores de capacidade de expansão apresentaram o endosperma mais compactado, ou seja, grânulos de amido menos dispersos.

Os tratamentos com maiores valores de capacidade de expansão apresentaram o pericarpo com maior espessura e maior porcentagem de amilose.

## REFERÊNCIAS

- ALVES, E. **Curso introdutório à microscopia eletrônica de varredura**. Lavras: UFLA/ FAEPE, 2004. p. 43.
- ALVES, E. Mecanismos estruturais na resistência de plantas a patógenos. **Summa Phytopathologica**, Botucatu, v. 33, p. 154-156, ago. 2007.
- ANDRADE, R. A. **Cruzamentos dialélicos entre seis variedades de milho pipoca**. 1996. 79 p. Dissertação (Mestrado em Genética e Melhoramento de Plantas) - Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, MG, 1996.
- BANDEL, G. Genética. In: PATERNIANI, E.; VIÉGAS, G. P. **Melhoramento e Produção do milho**. São Paulo: Fundação Cargill, 1987. v. 1, p. 111-131.
- BARRETO, R. R. et al. Avaliação da capacidade de combinação de famílias S2 de milho-pipoca por meio de diferentes testadores. **Semina: Ciências Agrárias**, Londrina, v. 33, n. 3, p. 873-890, 2012.
- BURNS, D. A.; CIURCZAK, E.W. **Handbook of near-infrared analysis**. 3rd ed. Boca Raton: CRC, 2008.
- CRUZ, C. D. **Programa genes**: versão windows; aplicativo computacional em genética e estatística. Viçosa, MG: UFV, 2001. p. 648.
- CRUZ, C. D.; REGAZZI, A. J. **Modelos biométricos aplicados ao melhoramento genético**. Viçosa, MG: UFV, 2001. 390 p.
- DAVIDE, L. M. C. **Controle genético de caracteres associados à dureza dos grãos e à degradabilidade ruminal de milhos tropicais**. 2009. 88 p. Tese (Doutorado em Genética e Melhoramento de plantas) - Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2009.

DOEBLEY, J. F. Molecular evidence for gene flow among *Zea* species. **Bioscience**, Uberlândia, v. 40, p. 443-448, 1990.

DOMBRINK-KURTZMAN, M. A.; BIETZ, J. A. Zein composition in hard and soft endosperm of maize. **Cereal Chemistry**, Saint Paul, v. 70, n. 1, p. 105-108, 1993.

DOMBRINK-KURTZMAN, M. A.; KNUTSON, C. A. A study of maize endosperm hardness in relation to amylose content and susceptibility to damage. **Cereal Chemistry**, Saint Paul, v. 74, p. 776-780, 1997.

EMATNÉ, H. J. **Seleção recorrente intrapopulacional em milho pipoca**. 2011. 93 p. Dissertação (Mestrado em Genética e Melhoramento de Plantas) - Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2011.

ERWIN, A. T. The origin and history of popcorn, *Zea mays* L. var. *indurata* (Sturt) Bailey mut. *Everta* (Sturt) Erwin. **Agronomy Journal**, Madison, v. 41, n. 2, p. 53-56, 1949.

FACHIN, D. Elaboração de pó para bebida utilizando milho pipoca. In: ENCONTRO REGIONAL SUL DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE ALIMENTOS, 4., 1991, Porto Alegre. **Resumos...** Porto Alegre: [s. n.], 1991.

FANTIN, G. M.; SAWAZAKI, E.; BARROS, B. C. Avaliação de genótipos de milho pipoca quanto à resistência a doenças e à qualidade da pipoca. **Summa Phytopathologica**, Jaguariuna, v. 17, n. 2, p. 91-104, 1991.

FERNADES, J. S. **Desempenho de sementes de genótipos de milho infectadas pelo complexo *Stenocarpella* e potencial de detecção dos patógenos por meio de espectroscopia no infravermelho próximo**. 2015. 84 p. Dissertação (Mestrado em Fitotecnia) - Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2015.

FERNÁNDEZ-CUESTA, A.; FERNÁNDEZ-MARTÍNEZ, J. M.; VELASCO, L. J. **Journal of the American Oil Chemists' Society**, Cham, v. 89, p. 435, 2012.

GALINAT, W. C. The origin of corn. In: SPRAGUE, G. F. (Ed.). **Corn and corn improvement**. New York: Academic, 1977. p. 1-48.

GELADI, P.; KOWALSKI, B. R. Partial Least-Square regression: a tutorial. **Analytica Chimica Acta**, Amsterdam, v. 185, p. 1-17, 1986.

GOODMAN, M. M.; SMITH, J. S. C. Botânica. In: PATERNIANI, E. E; VIEGAS, G. P. (Ed.). **Melhoramento e produção de milho**. Campinas: Fundação Cargil, 1987. p. 41-78.

GREEN, J. R. V. E.; HARRIS, J. R. Popcorn quality and the measurement of popping expansion. **Proceedings of The Soil and Crop Science Society of Florida**, Hollywood, v. 20, p. 28-41, 1960.

HOSENEY, R. C. **Princípios de ciência y tecnologia de los cereales**. Zaragoza: Acribia, 1991. p. 321.

HOSENEY, R. C.; ZELEZNAK, K.; ABDELRAHMAN, A. Mechanism of Popcorn popping. **Jornal of Cereal Science, Oxford**, v. 1, p. 43-52, 1983.

INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFIA E ESTATÍSTICA. **Censo Agropecuário 2006**: Brasil, grandes regiões e unidades da federação: apuração. Rio de Janeiro, 2014. 774 p.

JOSÉ, S. C. B. R. et al. Características físicas do pericarpo de sementes de milho associadas com a tolerância à alta temperatura de secagem. **Revista Brasileira de Sementes**, Pelotas, v. 27, n. 1, p. 125-131, 2005.

KONG, W. et al. Rice seed cultivar identification using Near-Infrared hyperspectral imaging and multivariate data analysis. **Sensors**, Basel, v. 13, p. 8916-8927, 2013.

KRUG, C. A.; CONAGIN, A.; JUNQUEIRA, A. A. B. **Cultura e adubação do milho**. São Paulo: Instituto de Potassa, 1996. p. 96-98.

LAJOLO, F. M.; MENEZES, E. W. **Carboidratos en alimentos regionales Iberoamericanos**. São Paulo: Universidade de São Paulo, 2006. 648 p.

LARISH, L. B.; BREWBAKER, J. L. Diallel analyses of temperate and tropical popcorn. **Maydica**, Bergamo, v. 44, 279-284, 1999.

LEE, K. M. et al. Classification and prediction of maize hardness-associated properties using multivariate statistical analyses. **Journal of Cereal Science**, London, v. 41, n. 1, p. 85-93, 2005.

LEMONS E SILVA, C. F. et al. Near infrared reflectance spectroscopy (NIRS) to assess protein and lipid contents in Avena sativa L. **Crop Breeding and Applied Biotechnology**, Londrina, n. 8, p. 127-133, 2008.

LIU, Q. Starch Modifications and Applications. In: CUI, S. W. (Ed.). **Food carbohydrates: chemistry, physical properties, and applications**. Boca Raton: CRC, 2005. cap. 8, p. 357-406.

LOOKHART, G. L. Cereal protein: composition of their major fractions and methods for identification. In: LORENZ, K. J.; KULP, K. (Ed). **Handbook of Cereal Science and Technology**. New York: M. Dekker, 1991. p. 441-468.

LOPES, M. A.; LARKINS, B. Endosperm origin, development, and function. **The Plant Cell**, Rockville, v. 5, n. 10, p. 1383-1399, 1993.

MALINOWSKI, E. R. **Factor analysis in chemistry**. New York: J. Wiley, 1991. 350 p.

MANGELSDORF, P. C. **Corn its origin, evolution and improvement**. Cambridge: Harvard University, 1974. p. 262.

MANGELSDORF, P. C.; SMITH JÚNIOR, C. E. A discovery of remains of primitive maize in New Mexico. **Journal of Heredity**, Oxford, v. 17, p. 39-43, 1949.

MARTENS, H.; NAES, T. **Multivariate calibration**. New York: J. Wiley, 1996.

MATTA, F. P.; VIANA, J. M. S. Testes de capacidade de expansão em programas de melhoramento de milho pipoca. **Scientia Agricola**, Piracicaba, v. 58, n. 4, p. 845-851, 2001.

MCGRANE, S. J.; CORNELL, H. J.; RIX, C. J. A simple and rapide colourimetric method for determination of amylose in starch products. **Starch/Stärke**, Hoboken, v. 50, n. 158-163, 1998.

MITTELMANN, A. et al. Análise dialélica do teor de óleo em milho. **Revista Brasileira de Agrociência**. Pelotas, v. 12, n. 1, p. 139-143, 2006.

MOTERLE, L. M. **Análise dialélica da qualidade fisiológica e produtividade das semente de milho pipoca e milho**. 2010. 150 p. Tese (Doutorado em Produção Vegetal) - Universidade Estadual de Maringá, Maringá, 2010.

MUA, J. P.; JACKSON, D. S. Fine structure of corn amylose and amylopectin fractions with various molecular weights. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, Easton, v. 45, n. 3, p. 840-847, 1997.

NASCIMENTO, W. M.; BOITEUX, L. S. Influência do grau de umidade do grão na capacidade de expansão de milho-pipoca. **Horticultura Brasileira**, Brasília, v. 12, p. 179-180, 1994.

NOBRE, R. G. et al. Avaliação da qualidade de diferentes marcas comerciais de milho pipoca. **Revista Brasileira de Engenharia Agrícola e Ambiental**, Campina Grande, v. 4, n. 1, p. 133-135, 2000.



NUNES, C. A. et al. Chemoface: a novel free user-friendly interface for chemometrics. **Journal of the Brazilian Chemical Society**. São Paulo, v. 23, n. 11, p. 2003-2010, 2012.

OLIVEIRA, E. C. **Marcadores ISSR na formação de grupos heteróticos e na inferência evolutiva de milho pipoca**. 2012. 107 p. Dissertação (Mestrado em Ciências e Tecnologias Agropecuárias) - Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Rio de Janeiro, 2010.

OLIVEIRA, J. P. et al. Qualidade física do grão em populações de milho de alta qualidade protéica e seus cruzamentos. **Pesquisa Agropecuária Tropical**, Goiânia, v. 37, n. 4, p. 233-241, 2007.

PACHECO, C. A. P.; CASTOLDI, F. L.; ALVARENGA, E. M. Efeito do dano mecânico na qualidade fisiológica e na capacidade de expansão de sementes de milho pipoca. **Revista Brasileira de Sementes**, Brasília, v. 18, n. 2, p. 267-270, 1996.

PACHECO, C. A. P. et al. **BRS Angela**: variedade de milho pipoca. Brasília: EMBRAPA/CNPMS, 2000. p. 1-6. (Comunicado Técnico).

PAES, M. C. D. **Aspectos físicos, químicos e tecnológicos do grão de milho**. Sete Lagoas: Embrapa Milho e Sorgo, 2006. p. 6. (Circular técnica, 75).

PANTOJA, P. A. **Aplicação da espectroscopia de infravermelho próximo na caracterização da carga de petróleo para o processo de destilação atmosférica**. 2006. p. 91. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Universidade de São Paulo, São Paulo, 2006.

PASQUINI, C. Near infrared spectroscopy: fundamentals, practical aspects and analytical applications. **Journal of the Brazilian Chemical Society**, São Paulo, v. 14, n. 2, p. 198-219, 2003.

PATERNIANI, E.; CAMPOS, M. S. Melhoramento do milho. In: BORÉM, A. (Ed.). **Melhoramento de espécies cultivadas**. Viçosa, MG: UFV, 2005. p. 491-552.

PATERNIANI, E.; VIEGAS, G. P. **Melhoramento e produção de milho**. 2. ed. Campinas: Fundação Cargil, 1987. p. 413-421.

PEREIRA, R. C. **Relação entre características estruturais e bioquímicas e a Textura do grão de milho**. 2006. 54 p. Tese (Doutorado em Genética e Melhoramento de Plantas) - Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2006.

POPCORN. Disponível em: <<http://www.popcorn.org/Home/tabid/36/Default.aspx>>. Acesso em: 27 jun. 2015.

RAMALHO, M. A. P.; SANTOS, J. B.; PINTO, C. A. B. P. **Genética na agropecuária**. Lavras: UFLA, 2012. 472 p.

RIDOUT, M. J. et al. Using AFM to image internal of starch granules. **Carbohydrate Polymers**, Barking, v. 50, p. 123-132, 2002.

ROBBINS JÚNIOR, W. A.; ASHMAN, R. B. Parent-offspring popping expansion correlations in progeny of dent corn x popcorn and flint corn x popcorn crosses. **Crop Science**, Madison, v. 24, n. 1, p. 119-121, 1984.

RUFFATO, S. et al. Efeito das condições de colheita, pré-processamento e armazenamento na qualidade do milho-pipoca. **Pesquisa Agropecuária Brasileira**, Brasília, v. 35, n. 3, p. 591-597, 2000.

SANTOS, M. B. H. et al. Non-Destructive NIR Spectrometric cultivar discrimination of Castor seeds resulting from breeding programs. **Journal of the Brazilian Chemical Society**, São Paulo, v. 25, n. 5, p. 969-974, 2014.

SASAKI, T.; YASUI, T.; MATSUKI, J. Effect of amylose content on gelatinization, retrogradation and pasting properties of starches from waxy and non-waxy wheat and their F1 seeds. **Cereal Chemistry**, Saint Paul, v. 77, p. 58-63, 2000.

SAS INSTITUTE. **SAS software**: user's guide: version 8.2. Cary, 2000. 291 p.

SAWAZAKI, E. A cultura do milho-pipoca no Brasil. **O Agrônomo**, Campinas, v. 53, n. 2, p. 11-13, 2001.

SAWAZAKI, E. et al. Potencial de híbridos temperados de milho-pipoca em cruzamentos com o testador semitropical IAC 12. **Revista Brasileira de Milho e Sorgo**, Sete Lagoas, v. 2, n. 2, p. 61-70, 2003.

SAWAZAKI, E. **Melhoramento do milho-pipoca**. São Paulo: IAC, 1995.

SAWAZAKI, E. Milho pipoca. In: CONGRESSO NACIONAL DE MILHO E SORGO, 28., 2010, Goiânia. **Anais...** Goiânia: UFG, 2010. 1 CD ROM.

SCAPIM, C. A. et al. Componentes genéticos de médias e depressão por endogamia em populações de milho-pipoca. **Ciência Rural**, Santa Maria, v. 36, n. 1, p. 36-41, 2006.

SCOTT, A. J.; KNOTT, M. A cluster analysis method for grouping means in the analysis of variance. **Biometrics**, Raleigh, v. 30, n. 3, p. 507-512, 1974.

SHETTY, N. et al. Use of partial least squares discriminant analysis on visible-near infrared multispectral image data to examine germination ability and germ length in spinach seeds. **Journal of Chemometrics**, Chichester, n. 26, p. 462–466, 2012.

SIESLER, H. W. et al. **Near infrared spectroscopy**: principles, instruments, applications. New York: J. Wiley, 2002.

SILVA, J. T. **Pula-pula na panela**. Disponível em: <file:///C:/Users/Julia%20Giarola/Downloads/chc-cienciahoje-uol-com-br.pdf>. Acesso em: 23 mar. 2015.

SILVA, W. J. et al. What makes popcorn pop. **Nature**, v. 362, p. 417, 1993.

SMITH, C. W.; BETRÁN, J.; RUNGE, E. C. A. **Corn: origin, history, technology and production**. Hoboken: J. Wiley, 2004. 968 p.

SOAVE, C.; SALMINI, F. Organization and regulation of zein genes in maize. **Phylogical Transations of ht Society of London**, Oxford, v. 304, n. 1120, p. 341-347, 1984.

SOTELO, F. F. **Aplicação da espectroscopia de infravermelho próximo na caracterização de petróleo**: simulação de uma unidade de destilação atmosférica. 2006. 154 p. (Doutorado em Engenharia Química) - Universidade de São Paulo, São Paulo, 2006.

STEEL, R. G.; TORRIE, J. K. **Principles and procedures of statistics: a biometrical approach**. 2nd ed. Tokyo: McGraw-Hill, 1980. 633 p.

THOMAS, D. J.; ATWELL, W. A. **Starches: practical guides for the food industry**. Minnessota: Eagan, 1999. 94 p. (Handbook Series).

VALDERRAMA, P. **Avaliação de figuras de mérito em calibração multivariada na determinação de parâmetros de controle de qualidade em indústria alcooleira por espectroscopia no infravermelho próximo**. 2005. 128 p. Dissertação (Mestrado em Química) - Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2005.

VIANA, L. C. **Uso da espectroscopia no infravermelho próximo para predição de propriedades tecnológicas da madeira de *Eucalyptus***. 2008. 110 p. Dissertação (Mestrado em engenharia Florestal) - Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2008.

VILARINHO, A. A. et al. Seleção de progênies endogâmicas S1 e S2 em um programa de melhoramento intrapopulacional de milho pipoca. **Acta Scientiarum**, Maringá, v. 24, n. 5, p. 1419-1425, 2002.

WANG, S. H. et al. Estudo das propriedades Reológicas e sensoriais após reconstituição dos mingaus desidratados de arroz e soja. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 8, n. 1, p. 68-73, 2000.

WEATHERWAX, P. The popping of corn. **Proceedings of the Indian Academy of Science**, Bangalore, v. 1921, p. 149-153, 1922.

WOLD, S.; SJÖSTRÖM, M. Chemometrics, present and future success, **Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems**, Amsterdam, v. 44, p. 3-14, 1998.

ZIEGLER, K. E.; ASHMAN, B. Popcorn. In: HALLAUER, A. R. (Ed.). **Specialty corns**. Iowa: CRC, 1994. p. 189-223.

ZINSLY, J. R.; MACHADO, J. A. Milho pipoca. In: PATERNIANI, E.; VIEGAS, G. P. (Ed.). **Melhoramento e produção do milho**. Campinas: Fundação Cargill, 1987. p. 413-421.