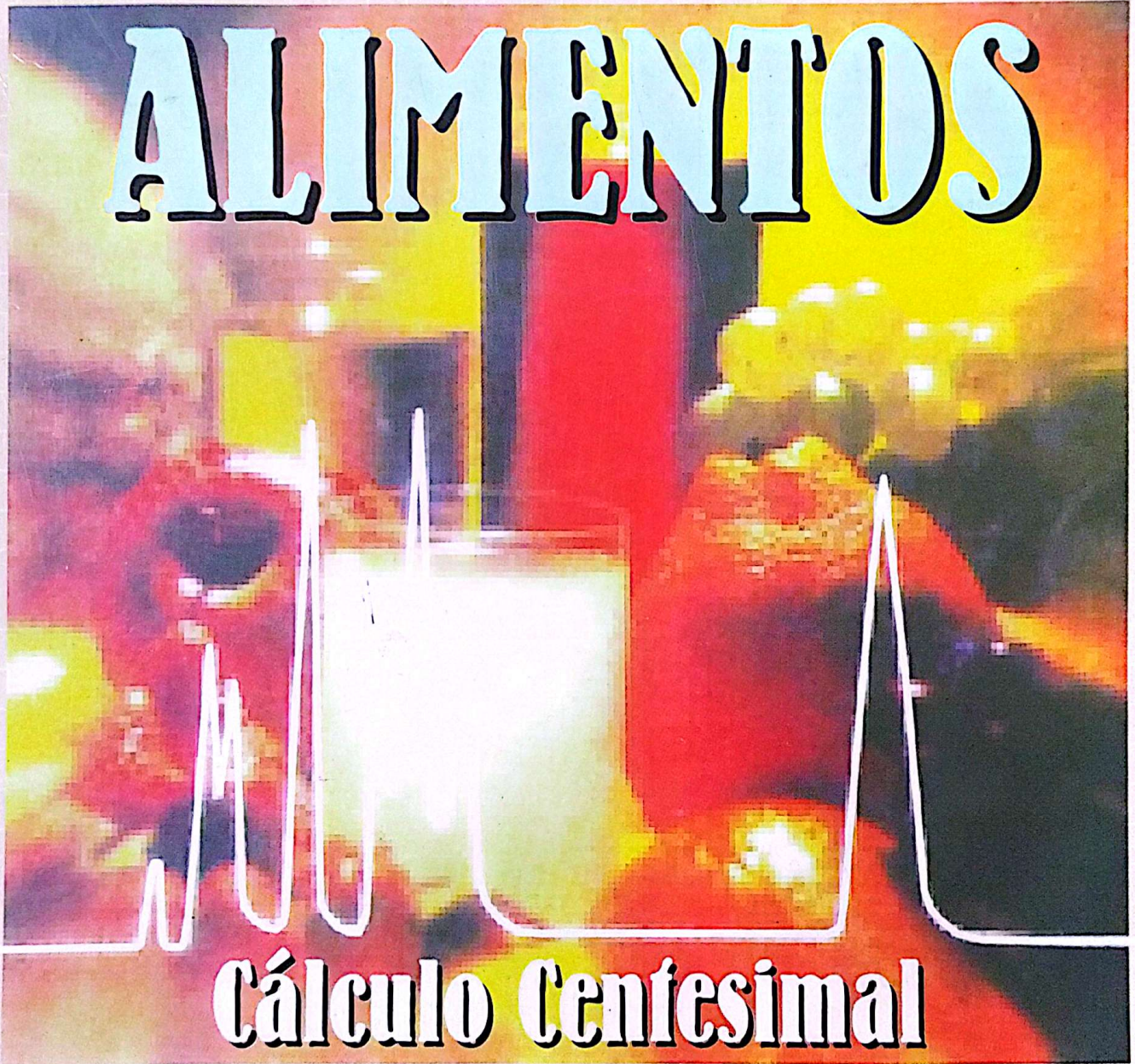


# ANÁLISE DOS ALIMENTOS



**Cálculo Centesimal**

Doação da Família da  
Professora Doutora  
Doroti Quiomi Kanashiro Toyohara  
Centro Paula Souza



# ANÁLISE DOS ALIMENTOS

## Cálculo Centesimal

Julio Cesar Refondo

São Paulo  
2000

D&KT 011



#### **Conselho Editorial**

Almério Melquíades de Araújo  
Antonio Luís Risso  
Cecília Canalle Fornazieri  
Doroti Quiomi Kanashiro Toyohara  
Júlia Maria Falivene Roberto Alves

#### **Responsável por Material Didático**

Doroti Quiomi Kanashiro Toyohara

#### **Elaboração**

Julio Cesar Retondo

#### **Revisão**

Antonio Luís Risso

#### **Editoração eletrônica e Impressão**

Copidart Editora Ltda.

*Atividade editada sob orientação da*  
Coordenadoria de Ensino Técnico - CETEC  
Centro Estadual de Educação Tecnológica Paula Souza - CEETEPS

*Presidente do Conselho Deliberativo*  
Antonio Rubens Costa

*Diretor Superintendente*  
Marcos Antonio Monteiro

*Vice-Diretor Superintendente*  
Remo Alberto Fevorini

*Chefe de Gabinete*  
Laura M. J. Laganá

*Coordenador de Ensino Técnico*  
Almério Melquíades de Araújo

#### **Copidart Editora Ltda**

Rua Paulo Setubal, 37 - São Paulo - SP  
CEP 02031-010

Fone: (0\*\*11)6221-5667 / 6221-4293 - Fax (0\*\*11) 6221-9923

e-mail: copidart@uol.com.br

Proibida a reprodução total ou parcial deste material.  
Direitos reservados pela Copidart Editora.  
Direitos de uso reservados ao CEETEPS, por prazo  
indeterminado, em suas Unidades.

# APRESENTAÇÃO

*O livro caindo n'água  
É germe – que faz a palma.  
É chuva – que faz o mar.*

Castro Alves

*O desenvolvimento de material didático adequado às diretrizes pedagógicas do CEETEPS, bem como a sua divulgação e uso pelos professores e pelos alunos, é uma das metas da Coordenadoria do Ensino Técnico.*

*Esse objetivo se apóia no princípio de que o processo ensino-aprendizagem tem como um dos suportes didáticos o elemento de continuidade e aprofundamento os textos para consulta e as sugestões de atividades complementares.*

*A formação da biblioteca de qualquer profissional é parte integrante de seu aperfeiçoamento técnico e é ferramenta valiosa para a sua promoção no mundo do trabalho e para a melhoria de suas relações sociais.*

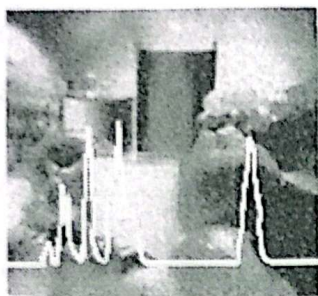
*Almério Melquíades de Araújo  
Coordenador de Ensino Técnico*

O presente trabalho, foi concebido com o intuito de proporcionar ao estudante, conhecimento e treinamento nas principais técnicas aplicadas ao controle físico-químico de alimentos. As metodologias aplicadas são oficiais, porém, adaptadas as condições de aprendizagem e dinâmica das aulas práticas.

Para maior rapidez na obtenção dos dados; a amostra foi padronizada e as quantidades utilizadas nas análises diminuídas. Os reagentes e os equipamentos foram selecionados levando-se em consideração os que mais comumente são encontrados em um laboratório.

Portanto, as análises aqui descritas são gerais e limitadas a uma amostra padrão e ao ambiente laboratorial escolar. Para outros tipos de amostras e, em outros ambientes, sugerimos recorrer aos métodos completos expressos nos manuais de análises de alimentos.

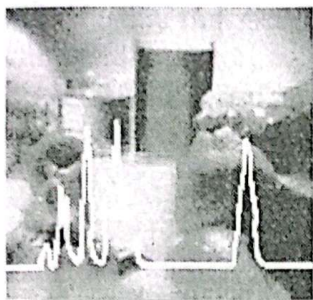
O Autor



# Índice

Apresentação .....	3
Capítulo 1 - A Análise dos Alimentos .....	9
1. Definição de Bromatologia .....	9
2. Importância da Bromatologia .....	9
3. A Análise Bromatológica no Curso Técnico de Alimentos .....	9
Aula Prática 1 - Identificação e Utilização de Balanças .....	17
Capítulo 2 - Controle de Qualidade na Indústria de Alimentos .....	19
1. Definição de Qualidade .....	19
2. Definição de Controle de Qualidade .....	19
3. Relacionamento do D.C.Q. com outros Departamentos .....	19
4. Funções do D.C.Q. ....	20
5. O Controle de Qualidade na Indústria de Alimentos .....	21
Aula Prática 2 - Preparo da Amostra para Análise .....	24
Capítulo 3 - Composição Centesimal dos Alimentos .....	27
1. Introdução .....	27
2. Umidade e Sólidos Totais .....	27
Aula Prática 3 - Determinação de Umidade pelo Método de Estufa a 105°C .....	30
Aula Prática 4 - Determinação de Umidade em Estufa a Vácuo .....	32
Aula Prática 5 - Determinação de Umidade - Método por raios infravermelho .....	35
3. Resíduo Mineral Fixo .....	36
Aula Prática 6 - Método Geral para Determinação de Cinzas Totais em Mufla a 550°C .....	37
4. Fibras .....	39

Aula Prática 7 - Determinação de Fibras pelo Método de Weender .....	40
5. Proteínas .....	42
Aula Prática 8 - Determinação de Proteína pelo Método Macro-Kjeldahl	
1ª parte - digestão da amostra .....	45
Aula Prática 9 - Determinação de Proteína pelo Método Macro-Kjeldahl	
2ª parte - destilação e titulação .....	47
6. Lipídios .....	50
Aula Prática 10 - Determinação de Lipídios pelo método de Soxhlet .....	52
Aula Prática 11 - Determinação de Lipídios pelo Método do Butirômetro-Modificado	
para amostra em pó .....	55
7. Glicídios .....	58
Aula Prática 12 - Determinação de Glicídios Redutores em Glicose .....	61
Aula Prática 13 - Determinação de Glicídios não Redutores em Sacarose .....	64
Aula Prática 14 - Determinação de Amido .....	67
Bibliografia .....	71



## Capítulo 1

# A Análise dos Alimentos

---

### 1 - Definição de Bromatologia

Portanto, Bromatologia é a ciência que estuda e identifica todos os componentes dos alimentos englobando todas as atividades pertinentes a esta. Etimologicamente a palavra Bromatologia deriva do grego, significando, "**Bromato = Alimento**" e "**Logia = Ciência**".

### 2 - Importância da Bromatologia

O estudo da Bromatologia é de imensa importância, pois dele se serve todo o aparato legal, que possibilita a fiscalização e o controle de produção de alimentos, tanto pelos órgãos governamentais, como pelas indústrias que produzem os alimentos. São tarefas específicas da Bromatologia:

- Controlar os processos tecnológicos a que serão submetidas as matérias primas, com a finalidade de conservar seu valor nutritivo e organoléptico (sensorial) evitando contaminações indesejáveis ou a adição de substâncias químicas não permitidas;
- Identificar o valor nutritivo de alimentos preparados, assegurando-lhes tratamento tecnológico conveniente;
- Estudar novas matérias primas capazes de servir como alimento;
- Promover equilíbrio do valor nutritivo de alimentos tradicionais;

- Sugerir mudanças tecnológicas que possibilitem o prolongamento da vida útil dos alimentos.

### 3 - A Análise Bromatológica no Curso Técnico de Alimentos

A disciplina **Análise dos Alimentos** visa preparar pessoal técnico habilitado para o controle físico-químico da qualidade dos alimentos. Neste semestre estudaremos os principais métodos de análise da composição centesimal dos constituintes dos alimentos, tais como determinação de umidade, proteínas, carboidratos etc..

O curso será composto de aulas práticas quantitativas requerendo do aluno conhecimento nas áreas de Química geral, orgânica e analítica, Física e Bioquímica.

O aluno receberá uma amostra formulada de um determinado produto, que será analisada em sua composição centesimal, elaborando, ao término do curso, um laudo com os resultados das análises.

#### 3.1 - Metodologia de Avaliação

O aluno será avaliado através das seguintes instrumentos:

- 1) Participação em aula - entrega da cópia de carbono com os dados e resultados do caderno de laboratório;



- 2) Estudo dirigido - questionário abordando o assunto pesquisado, entregue antes do início das aulas;
- 3) Pré-Relatório - relatório simplificado individual, com entrega uma semana após a conclusão da aula prática, contendo os seguintes itens: I- Título, II- Introdução, VII- Calculos e Resultados, VIII- Conclusão e Discussão Científica e IX- Bibliografia;
- 4) Relatórios - avaliação dos relatórios em grupo, preparado por um relator designado pelo professor.
- 5) Avaliação escrita.

A avaliação semestral será elaborada com a participação dos conceitos dos itens acima.

### 3.2 - O Caderno de Laboratório

O aluno deverá trazer em todas as aulas práticas um caderno grampeado ou costurado, com as páginas numeradas, onde deverá anotar os seguintes itens:

- Título da experiência;
- Objetivo;
- Material;
- Fluxograma da experiência;
- Dados;
- Cálculos e resultados.

**Obs.1:** Reservar as páginas 1 e 2 para um índice.

**Obs.2:** Entregar uma cópia em carbono ao final de cada aula prática ao professor.

### 3.3 - Metodologia para Elaboração de Relatórios

#### 3.3.1 - Definição de Relatório

Relatório é o documento preparado com o

propósito de estabelecer um balanço dos resultados alcançados por uma pesquisa (ou um programa de trabalho) individual ou coletiva, fornecendo uma súmula atualizada sobre o assunto de que trata a pesquisa.

#### 3.3.2 - Estrutura do Relatório

Didaticamente, um relatório poderá ser subdividido em três partes:

#### *1ª. Parte - Identificação do Trabalho*

##### **A Capa**

A primeira folha de um relatório é, normalmente, reservada para identificação do trabalho realizado, devendo conter:

- O órgão ou a entidade onde a pesquisa foi realizada;
- A identificação da pesquisa;
- O nome dos responsáveis pelo trabalho, a data e o local de sua realização.

#### *2ª. Parte - Revisão Bibliográfica*

##### **I - Título**

O uso adequado do **título** torna mais fácil e clara a leitura de um relatório. Ele deve se destacar do resto do texto, facilitando a identificação do trabalho. O **título identifica claramente o assunto pesquisado**.

##### **II - Introdução**

Expressa a importância do trabalho de pesquisa realizado. Nesta etapa, deve-se **discutir e atualizar toda a teoria** (Revisão Bibliográfica) referente ao **assunto pesquisado**.

### 3ª. Parte - O Trabalho Prático

#### III - Objetivo

Procura **identificar amplamente** o trabalho experimental, abordando tanto o **Objetivo Geral** como os **Específicos**. A correta definição dos objetivos é muito importante, pois a Conclusão deverá abordar o quanto dos Objetivos foi ou não alcançado pelo trabalho prático.

#### IV - Material

Esta etapa visa **identificar todos os materiais** e equipamentos que serão utilizados para atingir os objetivos propostos. Para melhor apresentação, este item é subdividido em:

- Equipamentos e Utensílios;
- Vidrarias;
- Amostras etc..

Lembre-se que todo instrumento possui um erro de medida. Procure sempre anotá-lo.

#### V - Procedimento Experimental

Para melhor efeito didático, este item será dividido em:

##### a) Metodologia

Descrever todos os procedimentos práticos que serão aplicados na pesquisa, ou seja, como deverá ser utilizado todo o material descrito no item IV, para atingir os objetivos propostos.

Procure dividir o assunto em etapas numeradas, evitando o uso de linguagem simples e pessoal e explicações supérfluas e desnecessárias.

##### b) Fluxograma

Resumir a metodologia apresentada na forma de um diagrama de blocos e iden-

tificar rapidamente todo o procedimento experimental.

##### c) Adendos

Colocar as tabelas, fichas e outros, necessários para complementar o procedimento experimental (Numerar e nomear as tabelas).

#### VI - Dados

Com o início da pesquisa, são produzidos os **Dados**, ou seja, tudo o que **é medido e observado** no laboratório, são **Dados experimentais**.

Normalmente, os dados experimentais são descritos e agrupados na forma de tabelas ou gráficos. Estes instrumentos permitem visualizar rapidamente a experiência como um todo, ou parte dela. Para isso, devem ter um título claro e fácil de se localizar (Numerar e nomear as tabelas). As colunas devem dizer o que nelas está contido, indicando a unidade empregada.

#### VII - Cálculos e Resultados

Para a **análise dos Dados** experimentais, são necessários **comparações, cálculos e interpretações**, que induziram aos **Resultados**.

Os Cálculos devem ser numerados e nomeados, acompanhados de explicações claras e objetivas sobre a metodologia de cálculo empregada, evitando-se explicações em demasia. Quando um mesmo tipo de cálculo repetir-se diversas vezes, basta um único exemplo. As equações que surgem no texto devem ser numeradas, de modo que seja possível referir-se às mesmas e não seja necessário reescrevê-las.

Os Resultados são apresentados, sempre que possível, tabelados, para facilitar a sua interpretação (Numerar e nomear as tabelas).

## VIII- Conclusão e Discussão Científica

Para uma **boa Conclusão**, comparar os **Resultados com os Objetivos**, identificando o quanto dos mesmos foi atingido, para, em seguida, iniciar uma **discussão científica**, explicando todos os fatores responsáveis pelo sucesso ou não do trabalho pesquisado. Discutir e repensar todos os itens e etapas da experiência (Material, Metodologia, Dados e Cálculos). É importante que todos os **fenômenos ocorridos sejam esclarecidos**, bem como todas as etapas não realizadas.

## IX- Bibliografia

Colocar, de modo oficial, toda a Bibliografia utilizada na elaboração do Relatório. Um trabalho experimental sem referências é pouco confiável. Um exemplo de referência bibliográfica é fornecido abaixo.

1- Sobrenome do Autor, Prenomes Abreviados - Título da Publicação, nº da edição, local da publicação, editora e ano da publicação.

*Lembrete: Relatório é um trabalho realizado para que outros o **leiam e entendam**; o que é mais fácil de ser conseguido quando o mesmo possuir uma boa apresentação. O cuidado na escolha do papel, a letra, limpeza etc., são também fatores responsáveis pelo sucesso.*

## 3.4 - Normas Técnicas de Trabalho e Segurança em Laboratório

### 3.4.1- Introdução

Neste capítulo estudaremos as principais normas aplicadas nos trabalhos desenvolvidos em laboratórios. Utilizaremos como referência didática a seguinte publicação:

"Métodos analíticos oficiais para controle de produtos de origem animal e seus ingredientes", do laboratório de referência animal - LANARA do Ministério da Agricultura.

### 3.4.2- Normas para Coleta de Amostras

"A coleta da amostra constitui a primeira fase da análise do produto";

O serviço de coleta deve estar bem integrado com o laboratório, devendo haver sincronismo entre a remessa e a capacidade de o laboratório executar as análises;

As amostras para exame físico-químico deverão ser enviadas separadas daquelas destinadas ao microbiológico.

Sempre que possível, tais amostra devem ser enviadas em suas embalagens originais, para evitar modificações em suas características originais. Quando tal procedimento for inviável, em relação ao volume mínimo disponível para coleta, aceita-se o fracionamento pela pessoa que o efetuar, desde que o mesmo seja realizado em condições adequadas. Cabem necessários cuidados para que todas as unidades pertençam ao mesmo lote, partida, data de fabricação etc., a fim de serem mantidas as características de homogeneidade da amostra.

Em casos especiais, a amostra poderá ser acompanhada de relatório adicional, contendo informações que possam auxiliar o analista no condução do seu trabalho. As amostras devem vir acompanhadas de indicações precisas do(s) tipo(s) de exame(s) a ser(em) realizado(s).

Depois de colhidas, as amostras, deverão ser acondicionadas adequadamente, para evitar qualquer alteração nas mesmas até sua chegada ao laboratório. Assim, as

amostras de produtos, facilmente alteráveis, deverão ser acondicionadas em recipientes isotérmicos e acompanhadas de gelo ou outra substância refrigerante, cuidando-se sempre para que não haja contatos deste com a amostra.

Providências especiais deverão ser tomadas para que o tempo decorrido entre a colheita da amostra e sua chegada ao laboratório seja o mais breve possível. Recomenda-se que seja evitada a utilização de mecanismos que impliquem estocagens intermediárias entre ponto de colheita e o laboratório.

Somente serão aceitas para análise, amostras que tenham sido acondicionadas em embalagem lacrada pela pessoa que efetuou a colheita, sugerindo-se, para tal, a utilização de lacre ou outro tipo de fechamento hermético, que não possa ser violado sem que se torne evidente. Tal providência se faz necessária para evitar a substituição ou adulteração da amostra entre o ponto de colheita e o laboratório, com reflexo no resultado da análise.

Todas as amostras que chegarem ao laboratório em condições diferentes das aqui preconizadas serão recusadas, cabendo ao laboratório notificar a pessoa que realizou a colheita e as razões da não-aceitação.

### **3.4.3- Normas Técnicas de Funcionamento dos Laboratórios**

#### **3.4.3.1- Limpeza**

1. Todo material de laboratório deve ser impecavelmente limpo, para que não haja influência de resíduos das análises anteriores nas posteriores. Esses resíduos devem ser solúveis em água, ácido, bases, solventes orgânicos ou em mistura sulfocrômica.

2. Nunca usar um recipiente ou aparelho qualquer duas vezes, sem lavá-lo antes, mesmo que ele venha a conter a mesma substância.

3. É conveniente sempre usar escova para a limpeza perfeita do material. Depois de limpos, devem ser enxaguados com água corrente, 3 a 4 vezes, depois com água destilada, também 3 a 4 vezes e secos em estufa.

4. Depois de limpos e secos devem ser guardados nos respectivos lugares, evitando sempre o contato manual quando são vidros de análise. Os materiais depois de limpos devem ser tampados com algodão para evitar que poeiras penetrem dentro dos frascos prejudicando as análises.

5. Na limpeza de materiais de vidro difíceis de serem limpos com solventes orgânicos, usa-se mistura sulfocrômica que limpa o resíduo por oxidação. A mistura sulfocrômica é preparada com bicromato de potássio e ácido sulfúrico, da seguinte maneira: dissolve-se 100 g de bicromato de potássio em quantidade mínima de água e completa-se o volume até 1000 ml com ácido sulfúrico concentrado. Deve-se conservar a solução em vidro escuro, provida de rolha esmerilhada. Deve-se limpar material com a mistura sulfocrômica e, em seguida, enxaguar com água várias vezes, depois passar água destilada e secar em estufa. Na falta de mistura sulfocrômica usa-se HCl concentrado. Devido a sua alta reatividade, na manipulação e preparo de mistura sulfocrômica devem ser observados:

- a) Usar luvas de borracha;
- b) Dissolver o bicromato em água e depois adicionar o ácido, cuidadosamente, para evitar respingo, sob contínua agitação;
- c) Não fazer esta agitação a velocidade

elevada; deve ser sempre lenta para evitar aspergimento;

d) A solução quando nova ou ativa tem cor castanho avermelhado, com o tempo e o uso torna-se esverdeada, devendo ser substituída;

e) Para jogar a mistura fora, deve-se abrir a torneira da pia antes de derramá-la e então despejá-la aos poucos e espaçadamente.

6. Para limpeza de materiais de vidro de diâmetro pequeno, tais como pipetas, pode-se encher uma proveta grande (1000 ml) e colocar as pipetas dentro, com o bico para cima. No fundo da proveta deve-se colocar uma esponja de *nylon* para amortecer a batida no fundo da proveta;

7. O laboratório deve estar sempre limpo, evitando-se acúmulo de vidros e outros objetos de uso sobre as mesas e pias;

8. As amostras devem ser guardadas em armários próprios, arrumadas de tal modo que se torne fácil a localização de qualquer uma delas em determinado momento;

9. As gavetas devem ser constantemente arrumadas, evitando-se acúmulo de materiais desnecessários e fora de uso que deverão ser encaminhados a oficina ou almoxarifado;

10. As pastas individuais de resultados analíticos devem ficar em lugar próprio, de fácil localização para evitar-se que extraviem, sendo de inteira responsabilidade do analista ao qual pertencem.

### 3.4.3.2- Regras de Segurança

1. Não trabalhar com material imperfeito, principalmente vidros que tenham arestas cortantes. Todo material quebrado deverá ser desprezado;

2. Sempre adicionar ácidos a água, nunca água a ácidos;

3. Não retornar os reagentes aos vidros primitivos, mesmo que não tenham sido usados, colocar os sólidos em um recipiente especial para refugos químicos. Os líquidos, quando não forem inflamáveis, podem ser despejados na pia, com bastante água corrente;

4. Lubrificar os tubos de vidro, termômetro etc., antes de inseri-los em uma rolha, proteger as mãos com luvas apropriadas ou enrolar a peça de vidro em uma toalha nesta operação;

5. Ter muita cautela quando for testar um produto químico por odor e não colocar o frasco diretamente sobre o nariz;

6. Utilizar a capela sempre que trabalhar com uma reação que liberte fumos venenosos ou irritantes;

7. Nunca deixar sem atenção qualquer operação em que haja aquecimento ou que reaja violentamente;

8. Improvisações são o primeiro passo para um acidente. Usar, portanto, material adequado;

9. Fechar com cuidado as torneiras de gás, evitando o seu escape;

10. Não deixar sobre a mesa vidro quente, pois podem pegá-lo inadvertidamente;

11. Não trabalhar com inflamáveis perto dos bicos de gás acesos ou resistências elétricas ligadas;

12. Nunca trabalhar ou aquecer tubos de ensaio com a abertura dirigida contra si ou a outros. Dirigi-lo para dentro da capela;

13. Não aquecer reagentes em sistemas fechados;

14. Nunca fumar dentro de um laboratório;

15. Ligar o exaustor toda vez que houver escape de vapores ou gases no laboratório;

16. Antes de proceder a uma reação da qual não se saibam totalmente os resultados, fazer uma em escala na capela;

17. Ter completa consciência da localização do chuveiro de emergência, lavadores de olhos e extintores, sabendo como usá-los corretamente;

18. Não pipetar líquidos cáusticos ou venenosos com a boca. Usar aparelhos apropriados;

19. Em qualquer momento, estar consciente do que estiver fazendo;

20. Após trabalhar com material tóxico, limpar esmeradamente as mãos, o local de trabalho e os materiais.

#### 3.4.3.3 - Acidentes

1. Qualquer acidente deve ser comunicado ao responsável pelo laboratório;

2. Corte ou ferimento, mesmo leve, deve ser desinfetado e coberto;

3. Queimaduras com fogo ou material quente devem ser tratadas com pomada apropriada (Picrato de Butesin) ou ácido picríco;

4. Queimaduras com ácido devem ser lavadas com muita água e em seguida com a solução de Bicarbonato de Sódio;

5. Queimaduras com bases devem ser lavadas com muita água, e em seguida com uma solução de 2 % de ácido bórico ou acético;

6. Queimaduras com fenol devem ser lavadas com muito álcool;

7. Intoxicação com ácido, tomar bastante leite e consultar um médico;

8. Intoxicação com sais, idem ao item anterior;

9. Intoxicação com gases ou vapores, respirar ar puro e consultar um médico;

10. Nunca perder a calma dentro de um laboratório.

#### 3.4.3.4- Cuidados Gerais de Laboratórios

Para evitar acidentes, devemos observar as seguintes instruções:

1. Manter sempre o local de trabalho organizado, evitando obstáculos inúteis que possam dificultar as análises;

2. Nunca aquecer líquidos inflamáveis diretamente na chama do Bico de Bunsen: usar para isso chapas elétricas;

3. Os recipientes contendo líquidos, quando se inflamam, devem ser cobertos com vidros de relógio, cápsula de porcelana ou outro objeto qualquer, para que seja impedida a entrada de ar, apagando-se deste modo o fogo;

4. É inútil jogar água em fogo produzido por líquidos que não são solúveis em água. Apagar o fogo com extintores;

5. Nunca usar extintores de líquidos em circuitos elétricos, usar sempre extintor de CO<sub>2</sub>;

6. Nunca fechar hermeticamente os aparelhos ou recipientes onde há o desprendimento de gases;

7. Quando trabalhar com papel de filtro de análise quantitativa, limpar as mãos muito bem para evitar erros de análise;

#### 3.4.3.5- Cuidados com a Balança

1. As balanças nunca devem ficar em uma posição tal, que sofram influência de vibrações e correntes de ar;

2. Só destravar a balança para verificação da pesagem, quando a porta da mesma

estiver fechada, para evitar a ação das variações externas (ventos, respiração do operador etc.);

3. Para destravar uma balança é necessário operar com o máximo cuidado, evitando assim atritos e pancadas nos pratos de balança, que podem provocar diferença na sensibilidade;

4. Todos os materiais colocados na balança, para serem pesados, devem ser previamente tarados, evitando sempre o contato manual; para isso existem pinças especiais;

5. Todas as anotações de pesagem devem ser feitas no decorrer da rotina;

6. A repetibilidade do resultado da análise deve ser comprovada mediante trocas de amostras com outros laboratórios e freqüentes repetições da análise em uma amostra considerada padrão.

#### **3.4.3.6- Conclusão**

1. Todo e qualquer trabalho a ser desenvolvido dentro de um laboratório apresenta riscos, seja pela ação dos produtos químicos, ou por chama, eletricidade, como também, pela imprudência do próprio analista, que podem resultar em danos materiais ou acidentes pessoais.

2. Os conselhos e técnicas aqui apresentados têm a finalidade de alertar aos analistas sobre os perigos que podem encontrar em certas análises e algumas maneiras de evitá-los.

3. Prevenir acidentes é o dever de cada um: trabalhar, portanto, com calma, cautela, dedicação e bom senso, seguindo sempre os conselhos aqui citados.

# AULA PRÁTICA 1

## Identificação e Utilização de Balanças

### I - Introdução Teórica

**Balança** é o instrumento utilizado para determinação da massa das amostras sólidas utilizadas em um laboratório químico de análise dos alimentos.

**Massa** é uma propriedade fundamental e intrínseca da matéria. Ela se constitui em uma medida direta da quantidade de matéria que há em uma determinada amostra.

**Pesagem** é a operação de comparação de uma massa desconhecida com a massa de pesos padrões.

### II - Balança de Plataforma

Instrumento mecânico que permite a pesagem por comparação de uma massa desconhecida de uma amostra, colocada no prato da balança, com pesos conhecidos que se deslocam ao longo dos braços da balança, até atingir um equilíbrio entre as massas.

### III- Balança Analítica

Instrumento elétrico que permite a pesagem de uma amostra de massa desconhecida, em um prato único, através da remoção, no interior da balança, de pesos conhecidos até que o equilíbrio do contra peso interno seja estabelecido, ou seja, a massa da amostra seja igual ao total da massa removida. A leitura será realizada através de um visor iluminado.

A balança analítica apresenta no seu exterior 5 botões:

B0 - Zerar a balança;

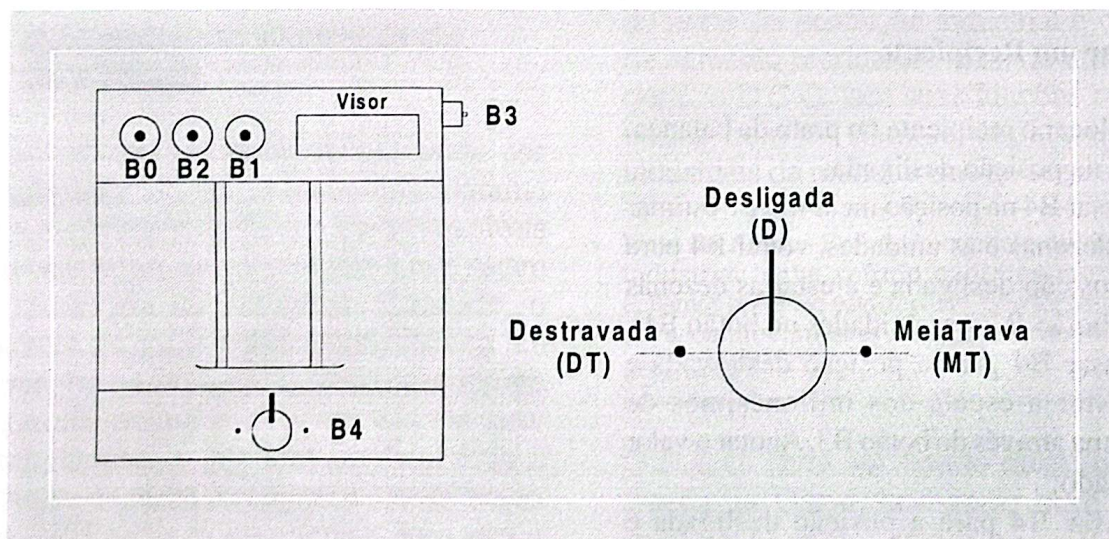
B1 - Ajustar as unidades;

B2 - Ajustar as dezenas e centenas;

B3 - Ajustar a escala móvel iluminada para determinação dos milionésimos de grama;

B4 - Colocar o posicionador a meia-trava desligada e destravada.

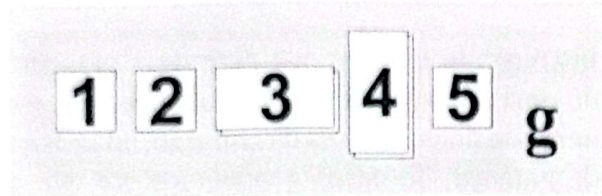
QUADRO 1 - Posição dos Botões





O visor de uma balança analítica apresenta-se como:

**QUADRO 2**  
**Visor de uma Balança Analítica**



- 1 - Marcador numérico para dezenas e centenas;
- 2 - Marcador numérico para unidade;
- 3 - Escala móvel graduada iluminada;
- 4 - Escala numérica variável para determinação dos milésimos de grama;
- 5 - Ajuste da escala.

### III.1- Operações com a Balança Eletrônica

#### a) Zerar a Balança

- 1 - Ajustar todas as escalas em zero, com B4 na posição desligada;
- 2 - Passar B4 para a posição destravada e ajustar a escala móvel em 00 através do botão B0.

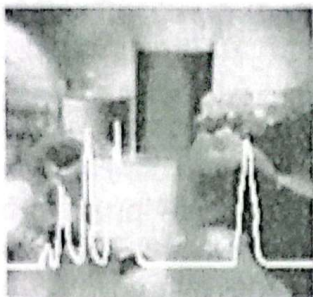
#### b) Pesar um Recipiente

- 3 - Colocar o recipiente no prato da balança, B4 na posição desligada;
- 4 - Passar B4 na posição meia-trava e estimar as dezenas e as unidades, voltar B4 para a posição desligada e ajustar as dezenas no botão B2 e as unidades no botão B1;
- 5 - Passar B4 para a posição destravada e ajustar a escala dos milionésimos de grama através do botão B3. Anotar o valor pesado;
- 6 - Passar B4 para a posição desligada e retirar o recipiente.

#### c) Pesagem da amostra no recipiente

- 7 - Após a pesagem do recipiente, ajustar as escalas de dezenas B2 e unidades B1, somando ao peso do recipiente o peso da amostra desejado;
- 8 - Com B4 no posição meia-trava, acrescentar a amostra ao recipiente até a escala móvel atingir o valor estimado, nas dezenas e unidades.
- 9 - Com B4 na posição Destravada, acrescentar amostra até atingir o estimado para escala do milionésimo, ajustando os gabaritos da escala móvel, com B3 até o ajuste da escala;
- 10 - Anotar o valor. Passar B4 para Desligada.

**Obs.:** Nunca retirar amostra em excesso na posição destravada, utilizar a posição desligada.



## Capítulo 2

# Controle de Qualidade na Indústria de Alimentos

---

### 1 - Definição de Qualidade

A qualidade pode ser definida como um conjunto de características que diferenciam unidades individuais de um produto, significativas na determinação do grau de aceitabilidade da unidade pelo consumidor.

Evidentemente, os conceitos de qualidade variam de região para região, sendo inerentes aos hábitos alimentares e padrão de vida da população.

Qualidade não significa o produto com elevado grau de excelência, mas sim a média dos atributos preestabelecidos que contribuem para que o produto seja aceitável e conseqüentemente melhor classificado, em termos de preço, junto ao mercado.

### 2 - Definição de Controle de Qualidade

Controle de qualidade (C.Q.) pode ser simplesmente definido como um programa para a manutenção da qualidade em níveis que satisfaçam ao consumidor e que sejam econômicos ao produtor. Contudo, o controle de qualidade usualmente tem um significado mais amplo, sendo baseado em especificações e procedimentos pré-estabelecidos e que têm por finalidade a redução de erros ou enganos cometidos na industrialização dos alimentos. Para atingir tal meta o C.Q. necessita de pessoas

treinadas, que possuam um vasto conhecimento sobre o processamento do produto e das técnicas empregadas para seu controle e que estejam familiarizadas com as necessidades do consumidor.

### 3 - Relacionamento do D.C.Q. com outros Departamentos

A manutenção da qualidade deve ser de responsabilidade de cada indivíduo que trabalha na produção ou manuseio do alimento. Contudo, para se obterem melhores resultados, a um custo mínimo, torna-se necessário delegar a um técnico ou a um departamento a responsabilidade pelo controle de qualidade.

A complexidade do Departamento de Controle de Qualidade (D.C.Q.) depende do porte da produção industrial e do tipo de alimento produzido. Mas, de um modo geral, o D.C.Q. tem suas funções relacionadas com os demais departamentos industriais da maneira que se segue.

---

**Nota do Autor** - Embora o controle de qualidade industrial tenha sofrido enormes mudanças, achamos oportuno este capítulo, pois fornece a base para conhecimentos dos procedimentos mais atualizados.

---

O D.C.Q. deve ser ligado diretamente à Gerência Geral, contando com o seu completo apoio, reportando-lhe não somente sobre as operações com produto,

mas também fornecendo informações básicas que facilitem as decisões sobre certos problemas.

O Departamento de Vendas é quem estabelece o contato primário entre o produtor e o consumidor, tendo o conhecimento sobre o que o consumidor espera de determinado produto, sendo importante por fornecer dados ao D.C.Q. para a elaboração de especificações. Deve ser bastante evidente que a indústria deve produzir um determinado produto com as características de qualidade que o consumidor deseja.

O Departamento de Compras é quem fornece as instruções e especificações necessárias para a compra de matéria-prima e de insumos.

O D.C.Q. atua continuamente com o controle das operações correntes, enquanto o de Pesquisa e Desenvolvimento atua na pesquisa dos novos produtos ou processos. Desse modo, o D.C.Q., ao encontrar uma situação fora do controle, pode indicar onde a pesquisa e o desenvolvimento são necessários. Por outro lado, o Departamento de Pesquisa e Desenvolvimento, ao desenvolver um novo produto, processo ou equipamento, pode indicar mudanças nos procedimentos do C.Q.

O D.C.Q. sob hipótese alguma deve ser subordinado à Produção mas sim diretamente ligado à Gerência Geral. Os propósitos e atitudes de um supervisor de produção devem ser diferentes dos do inspetor do C.Q. O objetivo do supervisor é produzir com o máximo rendimento em relação à capacidade da planta, enquanto o do inspetor é assegurar que esse objetivo seja alcançado sem que a qualidade do produto sofra quaisquer alterações indesejáveis e com o máximo de lucratividade.

## **4 - Funções do D.C.Q.**

### **4.1 - Procedimento e Testes**

É função do D.C.Q. encontrar ou desenvolver, para algum propósito específico, meios de mensurar todos os atributos de qualidade e variáveis de produção de importância para cada fase do procedimento, desde o recebimento da matéria-prima até o consumo do produto.

### **4.2 - Amostragem**

Desde que uma amostragem de 100 % é raramente praticável ou desejável, a função do D.C.Q. é estabelecer procedimentos eficientes para o manuseio, assim como o número de frequência das amostras a serem analisadas de modo a se obter o máximo de confiança nos resultados a custos mínimos. Os planos para a amostragem e os procedimentos na inspeção por atributos são publicados pela ABNT.

### **4.3 - Anotações e Relatórios**

As anotações e a elaboração de relatórios devem ser realizadas de forma clara, compreensível e simples, de modo que o pessoal apropriado possa entendê-lo, obrigando-se a tomar as devidas providências imediatamente.

### **4.4- Treinamento do Pessoal de Linha**

O pessoal de linha pode ou não estar sob supervisão direta do D.C.Q. Contudo, não há dúvida de que deve ser instruído pelo D.C.Q. em como amostrar, testar e relatar os procedimentos estabelecidos pelo D.C.Q.

#### **4.5 - Reclamações e Problemas Especiais**

Quando ocorrem problemas provenientes do departamento de vendas devido a reclamações de clientes; do Departamento de Compras pela baixa qualidade da matéria-prima, ou do processamento por problemas com equipamentos ou pessoal, o D.C.Q. deve servir de canal entre os departamentos de modo a facilitar a solução dos problemas.

#### **4.6 - Estabelecimento de Especificações**

O D.C.Q. com a assessoramento de vendas e produção deve preparar especificações para a matéria-prima, insumos, processos nas plantas de produção, embalagens e para o produto final, incluindo a vida de prateleira. As especificações devem servir de canal, não ambíguas e de fácil entendimento pelo pessoal envolvido nessas operações.

### **5 - O Controle de Qualidade na Indústria de Alimentos**

A ação do C.Q. na Indústria de Alimentos está dividida através dos seguintes controles:

- da Matéria-prima;
- das Operações de Processamento;
- do Produto Final.

A extensão das operações do D.C.Q., aplicada a cada um desses controles, é dependente do tipo de produto a ser fabricado, da matéria-prima, dos equipamentos e do tamanho da indústria. A escolha das análises a serem efetuadas também é dependente do produto, assim como a utilização de padrões, regula-

mentações regionais, nacionais e internacionais para as especificações é dependente do destino que se pretende dar ao produto.

#### **5.1 - Controle de Matéria-Prima**

A matéria-prima é normalmente dividida em lotes de onde procedem as devidas análises, podendo ser empregados métodos analíticos qualitativos, quantitativos e sensoriais. Os métodos qualitativos são os mais empregados, nesta etapa, devido à rapidez de execução e seu baixo custo, enquanto que os quantitativos são mais utilizados em casos de dúvidas ou quando a análise qualitativa não é aplicável.

#### **5.2 - Controle de Insumos**

O Controle aplicado aos insumos é de vital importância, já que os mesmos podem ser fonte de diminuição do nível de qualidade dos produtos. O tipo de controle aplicado é dependente do tipo do insumo e da fase do processamento em que entra na linha de produção.

A influência da qualidade do insumo na determinação do sabor, textura, odor, ao valor nutritivo e higiênico do produto final deve ser severamente avaliada e controlada.

É comum o controle dos lotes de insumos através de análises adequadas e amostragens convenientes.

#### **5.3 - Controle da Água de Processamento**

A qualidade da água de processamento é diretamente correlacionada com a qualidade do produto final. Níveis de clorações adequados e o grau de dureza da água são os principais pontos a serem

avaliados tanto para manter a qualidade do produto em si como para a manutenção das tubulações.

#### **5.4 - Controle das Embalagens**

O controle de qualidade do tipo adequado de embalagem do produto é de fundamental importância na conservação da qualidade do alimento processado e do seu tempo de vida de prateleira, aumentando a atratividade por parte do consumidor.

#### **5.5 - Controle das Operações de Processamento**

O controle das operações de processamento visa à obtenção de produtos com níveis de qualidade pré-determinados e um rendimento de produção, a partir da matéria-prima, o mais elevado possível.

A qualidade da matéria-prima é fundamental para a do produto final. Entretanto, um processamento inadequado ou mal conduzido, independente da matéria-prima, leva a produtos de nível de qualidade mais baixo que o esperado.

A determinação dos pontos críticos para a qualidade do produto na linha de processamento, incluindo a frequência da amostragem, método e interpretação dos resultados, constitui um dos pontos mais importantes para o C.Q.

A determinação dos pontos críticos é dependente do tipo de processamento e do tipo de produto industrializado, podendo-se portanto generalizar os seguintes pontos a serem controlados:

- 1) Preparo da matéria-prima (descasque, corte etc.);
- 2) Tempo e Temperatura dos Processos Térmicos;
- 3) Enchimento, Dosagem e Recravação;

- 4) Pontos de Contaminação Microbiológica ou Outros;
- 5) Higiene dos Operadores e Sanitização da Linha.

##### **5.5.1- Preparo da Matéria-Prima**

Durante o preparo da matéria-prima, tanto manual como mecânico, é comum o aparecimento de defeitos, tais como: presença de cascas, pêlos, pele, insetos e outros, que possam ser permitidos ou não, sendo facilmente determinados pela inspeção de linha.

##### **5.5.2- Tempo e Temperatura dos Processos Térmicos**

Devido à alta perecibilidade dos alimentos em geral, um produto deve ser processado o mais rápido possível, sendo necessário verificações sistemáticas do tempo que um alimento leva para ser processado.

O controle adequado da temperatura em que deve ser mantida a matéria-prima durante o manuseio e o processamento minimiza os processos de deterioração.

Finalmente o controle do Binômio Tempo e Temperatura é de fundamental importância nos vários pontos de processamento, já que deles diretamente depende a qualidade do produto, tanto em teor organoléptico (sabor, textura, cor, odor) e nutritivo, como, principalmente, de sanidade, ou seja, a elaboração de um produto livre de microorganismos patogênicos ou causadores de deterioração sob condições normais de armazenamento.

##### **5.5.3- Enchimento, Dosagem e Recravação**

O controle do enchimento da embalagem com o produto deve ser feito na linha de

processamento, em intervalos de tempo e quantidades de amostras, previamente estipuladas, de acordo com a capacidade da linha. Os dados (em peso ou volume dependentemente do tipo de produto) devem ser registrados de maneira clara e de fácil visualização nas denominadas cartas de controle em que são prefixados os valores máximos e mínimos permitidos. Os valores que não satisfaçam as especificações preestabelecidas são rapidamente verificados e os dosadores e as enchedeiras são calibradas.

#### **5.5.4- Pontos de Contaminação**

Especial atenção e cuidados devem ser aplicados aos pontos da linha de processamento em que as possibilidades de contaminação Microbiológica ou por outros contaminantes são mais usuais. O produto pode ser contaminado durante o processamento de várias maneiras como por exemplo: pó, cabelos, óleos lubrificantes, sangue, pedaços de vidro, odores etc.

A determinação dos pontos e fatores vulneráveis às contaminações e à aplicação de princípios básicos de higiene, regidos pelo bom senso dos operadores, é a forma de controle a ser aplicada.

#### **5.5.5- Higiene dos Operadores e Sanitização da Linha de Processo**

Todo o alimento deve ser manuseado o mais higienicamente possível e por operadores com conceito e condições de higiene firmados. Operadores com saúde adequada e uso de uniformes, toucas e luvas evita e previne uma série de contaminações.

A Sanitização da linha de produção é outro ponto importante que não deve ser relegado a segundo plano ou esquecido.

## AULA PRÁTICA 2

### Preparo da Amostra para Análise

#### I - Objetivo

Preparar uma amostra de composição centesimal conhecida para verificação do grau de eficiência das análises aplicadas.

#### II - Procedimento Experimental

##### a) Preparo da Amostra

1 - Pesar os ingredientes de acordo com a tabela abaixo, necessários para 120 g de mistura.

2 - Homogeneizar todos os ingredientes com o auxílio de um almofariz.

**TABELA 1**  
Composição de Ingrediente  
para Mistura Láctea em pó

Composição	%
Leite em pó Integral	75
Açúcar Refinado	20
Fibrax	5

3 - Misturar os ingredientes em um saco Plástico;

4 - Guardar em vidro e identificar.

##### b) Valor Nutricional Teórico da Amostra

5 - Pesquisar em Tabelas o Valor Nutricional dos Alimentos e Preencher a Tabela Abaixo

**TABELA 2**  
Composição Centesimal de Alimentos em 100 G.

Alimento	Qt.	Umidade	Minerais	Proteína	Gordura	Lactose	Sacarose	Fibras
Leite em pó Integral	100 g							
Açúcar Refinado	100 g							
Fibrax	100 g							

6 - Calcular as Quantidades de Nutrientes para cada Alimento na Mistura Láctea

**TABELA 3**  
Composição Proporcional de ingredientes dos Alimentos em  
100 g de Mistura Láctea

Alimento	Qt.	Umidade	Minerais	Proteína	Gordura	Lactose	Sacarose	Fibras
Leite em pó Integral	75 g							
Açúcar Refinado	20 g							
Fibrax	5 g							

7 - Fornecer o valor total dos componentes da mistura.

**TABELA 4**  
**Quantidade de Nutrientes por 100 g de Mistura Láctea**

Alimento	Qut.	Umidade	Minerais	Proteína	Gordura	Lactose	Sacarose	Fibras
Mistura Láctea	100 g							

Obs.: Estes valores teóricos serão comparados com os valores determinados nas aulas práticas, para verificação da exatidão da metodologia aplicada as análises.





## Capítulo 3

# Composição Centesimal dos Alimentos

### 1- Introdução

A composição centesimal dos alimentos é de grande importância para o controle de qualidade, pois através dessa determinação pode-se conhecer genericamente o teor (%) de substância ou nutrientes brutos que constituem um alimento, fornecendo informações sobre a qualidade da matéria-prima, as influências do processamento na formulação do alimento industrializado e o esclarecimento dos valores nutricionais e calóricos do alimento. São analisadas determinações tais como: água, proteínas, carboidratos, gorduras, cinzas, fibras e outros.

### 2- Umidade e Sólidos Totais

#### 2.1- Introdução Teórica

Todo alimento natural ou industrializado possui uma determinada quantidade de água, de acordo com a sua composição e o método de industrialização empregado para sua elaboração.

A água está presente nos alimentos (vegetal ou animal) de duas formas: água livre e água ligada. A água livre é a forma predominante, e se libera com facilidade, sendo estimada pela maioria dos métodos analíticos e utilizada para o desenvolvimento microbiano e influi na Atividade de água ( $A_w$ ). A água ligada é encontrada

nos alimentos como: água de cristalização dos carboidratos, água ligada as proteínas e polissacarídeos ou água absorvida sobre a superfície das partículas coloidais, necessitando, para sua eliminação, uma quantidade maior de energia, daí a importância da indicação do método de análise empregado na sua determinação.

Na maioria das indústrias alimentícias a Umidade é determinada diariamente, existindo para isso várias razões:

- O comprador de matéria-prima não deseja adquirir água em excesso;
- A água presente em certos níveis facilita o desenvolvimento de microorganismos;
- Atendimento aos aspectos de legislação;
- Ajuste da umidade para armazenagem e industrialização de grãos;
- Controle dos processos de desidratação e concentração de alimentos.

#### 2.2- Métodos de Determinação

A determinação do conteúdo exato de água em um alimento é difícil e dependerá, basicamente do tipo do alimento, dos seus constituintes e do processo de industrialização empregado. Os principais métodos para a estimativa do conteúdo de água e sólidos totais, podem se classificar como:

- por secagem;
- de destilação direta;

- elétrico rápido;
- químico.

Obs.: O conteúdo de sólidos totais é determinado por diferença, após a determinação da umidade.

### 2.2.1- Método por Secagem

São métodos mais comuns, também chamados de termogravimétricos, indiretos ou dessecação até peso constante. A determinação é feita calculando-se a porcentagem de água perdida (vapor) em peso, devido a sua eliminação por aquecimento da amostra úmida. Ao lado que estes métodos são bastantes confiáveis, é preciso ter presente que:

- Em alguns alimentos é difícil a eliminação de toda a umidade presente (água ligada);
- Em determinadas temperaturas o alimento pode se decompor formando hidratos que dificultam a eliminação de água;
- Em alimentos com alto conteúdo de açúcares estes são alterados pela caramelização;
- Pode ocorrer a volatilização de determinadas substâncias.

Portanto, ao escolhermos um método por secagem, deve-se levar em consideração o tipo de alimento e a temperatura utilizada que, geralmente, está compreendida no intervalo de 70°C a 105°C. Temperaturas em torno de 70°C são utilizadas para alimentos com altos teores de carboidratos e açúcares, que evitará a sua carbonização e decomposição em temperaturas elevadas. A faixa de 103°C a 105°C é a mais utilizada na maioria dos alimentos, que não sofrem quaisquer alterações, exceto a perda de água. Temperaturas inferiores, de 90°C a 100°C, são recomendadas depen-

dendo do grau de trituração da amostra e do tempo disponível para a análise. A principal fonte de calor utilizada, nesses processos, é a estufa (pressão normal ou a vácuo), porém em alguns casos utilizam-se o banho-maria fervente a 100°C. O inconveniente no uso das estufas é a formação, por oxidação, de compostos, normalmente ausentes no alimento, que poderão aumentar o peso final do resíduo seco, outras perdas são verificadas devido à volatilização de substâncias (óleos essenciais e outros) a temperatura de processo.

Dentre os diversos métodos de secagem abordaremos os seguintes:

#### a) Método de Estufa a 105 °C

Método indireto de secagem de uma amostra em estufa a temperatura 103°C a 105°C até peso constante.

#### b) Método de estufa a Vácuo

Secagem em estufa a vácuo a temperatura média de 70°C e pressão 100 a 200 mmHg. A aplicação de vácuo produz um efeito físico, que se traduz pelo abaixamento da temperatura de ebulição da água, acelerando a secagem, evitando mudanças na amostra. Podem-se utilizar também estufas com corrente de gás Hidrogênio para evitar oxidações e formação de compostos estranhos na amostra.

#### c) Método Rápido (raio infravermelho)

Secagem de uma amostra pela aplicação de calor proveniente de uma luz infravermelha, diretamente sobre uma balança (tríplice escala ou semi-analítica).

#### d) Método por Microondas

Secagem em aparelhos de microondas. Pesar 10 g da amostra homogeneizada em

uma placa de Petri, previamente seca por 2 minutos em potência máxima, e levar ao microondas por 12 minutos a potência máxima. Pesar a placa e repetir o procedimento até peso constante por 2 minutos.

### **2.2.2- Método de Destilação Direta**

Os métodos de destilação para determinação da umidade em alimentos estão baseados na destilação de uma amostra por refluxo de um líquido imiscível menos denso e compacto e com ponto de ebulição mais elevado que a água; São recomendados os seguintes solventes: Tolueno (p.e. 111 °C) e Tetracloroetileno (p.e. 111°C).

Comparado com outros métodos de determinação, este oferece as seguintes vantagens:

- A temperatura mantém-se constante ao ponto de ebulição do solvente;
- Pode-se observar o decorrer da destilação por simples inspeção visual;
- Método mais rápido que as técnicas de desidratação.

### **2.2.3- Método Elétricos Rápidos**

A quantidade de água presente nos alimentos lhe confere certas propriedades elétricas, que são determinadas por instrumentos que medem a sua resistência ou capacidade elétrica.

Estes métodos são geralmente utilizados para determinação rápida de umidade em grãos. É exemplo deste método: "A determinação rápida de umidade por aparelho portátil de Marconi".

### **2.2.4- Métodos Químicos**

O método químico mais utilizado para a determinação de água nos alimentos é o que emprega o Reativo de Karl Fischer. Este reagente, descoberto por Karl Fischer em 1936, consta de Iodo, Dióxido de Enxofre, Piridina e um solvente que pode ser Metanol. A água da amostra é extraída pelo Metanol e determinada por titulação pelo Reativo de Fischer.

## AULA PRÁTICA 3

### Determinação de Umidade pelo Método de Estufa a 105 °C.

#### I- Princípio

Baseia-se este método na perda de umidade e substâncias voláteis de uma amostra em temperaturas acima de 100°C.

#### II- Procedimento Experimental

##### a) Secagem das Cápsulas

- 1 - Manter as cápsulas de porcelana em estufa a 105°C por 1 hora;
- 2 - Retirar as cápsulas de porcelana da estufa com o auxílio da pinça metálica e resfriar em dessecador por 20 minutos;
- 3 - Pesar as cápsulas de porcelana em balança analítica (Pa);

##### b) Método da estufa a 105°C

- 4 - Homogeneizar a amostra a ser analisada;
- 5 - Pesar em balança analítica, cerca de 5 g de amostra nas cápsulas de porcelana previamente secas, resfriadas em dessecador e taradas, anotando o peso da amostra úmida + cápsula (Pb);

**Obs.1:** A partir desta etapa, não mais tocar a cápsula com as mãos, pois as partículas de gordura poderão impregnar no recipiente, resultando em erro na análise;

- 6 - Com o auxílio de uma pinça metálica, levar as cápsulas à estufa a 105°C, mantendo por 2 a 3 horas;
- 7 - Retirar as cápsulas da estufa e resfriá-las em dessecador por 20 min.;
- 8 - Pesar em balança analítica;
  - 8.1- Se o peso for constante, ou seja, a diferença entre duas pesagens consecutivas é de 0,0005 g, anotar o peso da amostra seca + cápsula (Pd);

- 8.2- Se o peso não for constante, repetir a etapa 6 por 30 minutos, e as etapas 7 e 8 novamente.

#### III- Cálculos

- 1) Peso da amostra úmida  
Aplicar a fórmula:

$$P_c = P_b - P_a$$

Onde:

- P<sub>c</sub>** = Peso da amostra úmida (g);  
**P<sub>b</sub>** = Peso da cápsula + amostra úmida (g);  
**P<sub>a</sub>** = Peso da cápsula (g).

- 2) Peso da amostra seca  
Aplicar a fórmula:

$$P_e = P_d - P_a$$

Onde:

- P<sub>e</sub>** = Peso da amostra seca;  
**P<sub>d</sub>** = Peso da cápsula + amostra seca;  
**P<sub>a</sub>** = Peso da cápsula.

- 3) % de Umidade na Amostra.  
Calcular o teor de umidade das amostras, através da fórmula:

$$\text{Umidade (\%)} = \frac{P_c - P_e}{P_c} \times 100$$

- 4) Precisão  
Geralmente, em um trabalho analítico, as determinações são realizadas em duplicatas, tornando-se necessário examinar a precisão dos resultados obtidos. A precisão está

relacionada com a concordância das medidas entre si, ou seja, quanto maior a dispersão dos valores, menor a precisão. Nas análises realizadas, neste estudo, adotaremos os seguintes procedimentos:

#### 4.1- Média aritmética das medidas

Aplicar fórmula:

$$UM = \frac{(U1 + U2)}{2}$$

Onde:

UM = Umidade média

U1 = Umidade da amostra 1

U2 = Umidade da amostra 2

2 = Número de amostras

#### 4.2- Erro aparente

Aplicar a fórmula:

$$EA1 = |U1 - UM|$$

$$EA2 = |U2 - UM|$$

Onde:

EA = Erro aparente das medidas das amostras com relação a média.

#### 4.3- Desvio relativo a média

Aplicar as fórmulas:

$$DRI = \frac{EA1 \cdot 100}{UM}$$

$$DR2 = \frac{EA2 \cdot 100}{UM}$$

Onde:

DR = Desvio relativo a média

**Obs. 1:** Nas condições das análises sugerimos, para estabelecer um índice de precisão, um desvio relativo em relação a média de até 3%.

#### 5) Exatidão

A exatidão de uma medida está relacionada com o seu erro absoluto relativo a média, isto é, com a proximidade do valor medido em relação ao valor verdadeiro da grandeza. O erro absoluto relativo para a análise da umidade é calculado através da equação:

$$EA = \frac{(UM - UT)}{UT} \times 100$$

Onde:

EA = Erro Absoluto relativo a média determinada

UT = Umidade teórica estimada na amostra.

**Obs. 2:** Nas condições das análises sugerimos, para estabelecer um índice de exatidão, um erro absoluto relativo a média de até  $\pm 10\%$ .

**Obs. 3:** As determinações sugeridas, sobre a média dos resultados, são exemplos, porém, o mesmo tratamento, com relação as medidas, poderia ser aplicado em todos os dados experimentais.

#### 6) % de Sólidos Totais

Aplicar a fórmula:

$$\% ST = 100 - \% Umidade$$

# AULA PRÁTICA 4

## Determinação de Umidade em Estufa a Vácuo

### I- Princípio

Dosagem da Umidade e Sólidos Totais para produtos termolábeis, pela perda de umidade e substâncias voláteis com aplicação de vácuo e temperatura abaixo do ponto de ebulição da água.

### II- Material

- Cadinhos com tampas;
- 1 Estufa a Vácuo;
- 4 Pinças;
- 2 Dessecadores com sílica gel;
- 2 Balanças Analíticas;
- 1 Caneta Retroprojeter;
- 4 Espátulas de Pesagem.

### III- Procedimento Experimental

#### a) Secagem dos Cadinhos

- 1- Colocar os cadinhos destampados na estufa com auxílio da pinça;
- 2- Fechar a porta da estufa e ligar cuidadosamente o vácuo;
- 3- Deixar o conjunto na estufa a vácuo por 1 hora, a 70°C sob vácuo de 100 mmHg;
- 4- Desligar o vácuo, abrir cuidadosamente a estufa, fechar os cadinhos com a pinça, e transferir para o dessecador;
- 5- Deixar esfriar no dessecador por cerca de 20 minutos os cadinhos abertos;
- 6- Pesar o conjunto, cadinho com tampa, em balança analítica, e anotar o peso (Pa).

#### b) Método da Estufa a Vácuo

- 7- Abrir a tampa com o auxílio da pinça;
- 8- Introduzir no cadinho cerca de 2 g de amostra homogeneizada;
- 9- Tampar imediatamente usando a pinça;
- 10- Pesar em balança analítica e anotar o peso (Pb);
- 11- Colocar o cadinho na estufa, usando a pinça, abrir o cadinho;
- 12- Fechar a estufa, ligar cuidadosamente o vácuo, mantendo a estufa a 70°C, sob vácuo de 100 mmHg por 2 horas;
- 13- Desligar o vácuo e abrir cuidadosamente a estufa e, sem demora, tampar o cadinho com a pinça, deixar esfriar por 20 minutos em dessecador;
- 14- Pesar em balança analítica e anotar o peso (Pc);
- 15- Repetir as etapas 11, 12, 13 e 14 (por 30 minutos), até peso constante.

**Obs.1:** Se a diferença de peso entre uma pesagem e outra não passar de 0,1 %, considera-se o peso constante.

### IV- Cálculos

- 1) Peso da amostra úmida  
Aplicar a fórmula:

$$Pc = Pb - Pa$$

Onde:

- Pc** = Peso da amostra úmida (g);  
**Pb** = Peso da cápsula + amostra úmida (g);  
**Pa** = Peso da cápsula (g).

## 2) Peso da amostra seca

Aplicar a fórmula:

$$Pe = Pd - Pa$$

Onde:

**Pe** = Peso da amostra seca;

**Pd** = Peso da cápsula + amostra seca;

**Pa** = Peso da cápsula.

## 3) % de Umidade na Amostra.

Calcular o teor de umidade das amostras, através da fórmula:

$$\text{Umidade (\%)} = \frac{Pc - Pe}{Pc} \times 100$$

## 4) Precisão

Geralmente, em um trabalho analítico, as determinações são realizadas em duplicatas, tornando-se necessário examinar a precisão dos resultados obtidos. A precisão está relacionada com a concordância das medidas entre si, ou seja, quanto maior a dispersão dos valores, menor a precisão. Nas análises realizadas, neste estudo, adotaremos os seguintes procedimentos:

### 4.1- Média aritmética das medidas

Aplicar fórmula:

$$UM = \frac{(U1 - U2)}{2}$$

Onde:

**UM** = Umidade média

**U1** = Umidade da amostra 1

**U2** = Umidade da amostra 2

**2** = Número de amostras

## 4.2- Erro aparente

Aplicar a fórmula:

$$EA1 = |U1 - UM|$$

$$EA2 = |U2 - UM|$$

Onde:

**EA** = Erro aparente das medidas das amostras com relação a média.

### 4.3- Desvio relativo a média

Aplicar as fórmulas:

$$DR1 = \frac{EA1 \cdot 100}{UM}$$

$$DR2 = \frac{EA2 \cdot 100}{UM}$$

Onde:

**DR** = Desvio relativo a média

**Obs. 1:** Nas condições das análises sugerimos, para estabelecer um índice de precisão, um desvio relativo em relação a média de até 3%.

## 5) Exatidão

A exatidão de uma medida está relacionada com o seu erro absoluto relativo a média, isto é, com aproximação do valor medido em relação ao valor verdadeiro da grandeza. O erro absoluto relativo para a análise da umidade é calculado através da equação:

$$EA = \frac{(UM - UT)}{UT} \times 100$$

Onde:

EA = Erro Absoluto relativo a média determinada

UT = Umidade teórica estimada na amostra.

**Obs. 2:** Nas condições das análises sugerimos, para estabelecer um índice de exatidão, um erro absoluto relativo a média de até  $\pm 10\%$ .

**Obs. 3:** As determinações sugeridas, sobre a média dos resultados, são exemplos, porém, o mesmo tratamento, com relação as medidas, poderia ser aplicado em todos os dados experimentais.

6) % de Sólidos Totais

Aplicar a fórmula:

$$\% \text{ ST} = 100 - \% \text{ Umidade}$$



# AULA PRÁTICA 5

## Determinação de Umidade - Método por raios infravermelho

### I- Princípio

Dosagem da umidade de uma amostra láctea pela perda de água e substâncias voláteis com aplicação de Raios infravermelhos.



### II- Material

#### Amostra Láctea

- 1 Aparelho de determinação de raios infravermelhos OHAUS;
- 1 Espátula de Pesagem;
- 1 Prato de Alumínio.

### III- Procedimento Experimental

#### a) Secagem do prato de Alumínio e teste no Aparelho

- 1 - Abrir o Aparelho. Colocar o prato de Alumínio na balança fechar o aparelho e pressionar o botão "ON", SELECT e os botões  , ajustar a temperatura em 104 °C e o tempo em 2 minutos. Apertar o botão "START" para iniciar o procedimento. Aguardar o término do teste.

#### b) Determinação da Umidade

- 2 - Aperte o botão "TARE".
- 3 - Selecionar a temperatura em 105 °C e o tempo em 10 minutos.
- 4 - Abrir o aparelho. Pesar 5 g de amostra no prato de Alumínio, fechar a balança. Pressionar o botão "START".

- 5 - Anotar a cada minuto a temperatura, o tempo e porcentagem de umidade, até o término do teste.

### IV- Cálculos

1) Para determinação da umidade, organizar dois gráficos, Temperatura x Tempo e Umidade x Tempo.

#### 2) Exatidão

A exatidão de uma medida está relacionada com o seu erro absoluto relativo a média, isto é, com a proximidade do valor medido em relação ao valor verdadeiro da grandeza. O erro absoluto relativo para a análise da umidade é calculado através da equação:

$$EA = \frac{(UM - UT)}{UT} \times 100$$

Onde:

EA = Erro Absoluto relativo a média determinada

UT = Umidade teórica estimada na amostra.

**Obs. 1:** Nas condições das análises sugerimos, para estabelecer um índice de exatidão, um erro absoluto relativo a média de até  $\pm 10\%$ .

**Obs. 2:** As determinações sugeridas, sobre a média dos resultados, são exemplos, porém, o mesmo tratamento, com relação as medidas, poderia ser aplicado em todos os dados experimentais.

### **3 - Resíduo Mineral Fixo**

#### **3.1- Introdução Teórica**

Cinzas são um termo genérico que equivale ao resíduo mineral presente em um alimento, após a destruição total da matéria orgânica pela aplicação de calor. Os minerais estão presentes em todos os alimentos como parte integrante dos compostos orgânicos e inorgânicos; os mais comuns são: o Cálcio, em leite e derivados; o Potássio, em alimentos vegetais; o Silício; o Enxofre e o Cloro. São encontrados, ainda, outros elementos em menor quantidade, tais como: Ferro, Alumínio, Manganês, Flúor etc.

A determinação do teor de resíduo mineral fixo (Cinzas Totais) tem importância no controle de qualidade, onde certos alimentos como por exemplo o Açúcar e a Farinha de Trigo são classificados por seu teor de cinzas. O alto conteúdo de Cinzas não é desejável para alguns alimentos, pois interferirá em seu processamento, produzindo alterações na cor, formação de precipitados e interferência nas transformações químicas.

O estudo da composição mineral (Fe, Ca, Mg, K, Na) dos alimentos é de grande importância para a nutrição, além de permitir um conhecimento prévio dos metais contaminantes (As, Pb, Hg, Se) presentes nos alimentos.

#### **3.2 - Método para Determinação de Cinzas**

O método geral para determinação de Cinzas Totais, utiliza o calor produzido em um forno mufla, onde ocorre a destruição total da matéria orgânica presente na amostra. Além das Cinzas totais devem ser analisadas:

- Cinzas Solúveis e insolúveis em água;
- Cinzas Solúveis e insolúveis em ácido;
- Alcalinidade das Cinzas;
- Determinação específica de minerais.

Todas essas determinações são executadas nas cinzas obtidas pelo método geral, onde, através de técnicas analíticas específicas, pode-se pesquisar os componentes minerais dos alimentos.

## AULA PRÁTICA 6

### Método Geral para Determinação de Cinzas Totais em Mufla a 550°C.

#### I- Princípio

Fundamenta-se este método na perda de peso que ocorre quando um produto é incinerado a 500-550°C, com destruição da matéria orgânica, sem apreciável decomposição dos constituintes do resíduo mineral ou perda por volatilização.

#### II- Material

- Balança analítica;
- Cadinho de porcelana de 60 ml;
- Forno mufla a 550°C;
- Dessecador com sílica gel ou cloreto de cálcio anidro;
- Bico de Bunsen;
- Pinça de metal.

#### III- Procedimento Experimental

- 1 - Aquecer o cadinho em forno mufla a 550°C, durante 30 minutos;
- 2 - Esfriar o cadinho em dessecador, cerca de 30 minutos, e pesar ( $P_a$ );
- 3 - Pesar, em balança analítica, cerca de 2 g da amostra homogeneizada ( $P_b$ );
- 4 - Carbonizar completamente a amostra em bico de bunsen;
- 5 - Transferir a amostra ao forno mufla, a 550°C, e deixar incinerar até obter cinzas brancas (cerca de 2 horas);
- 6 - Esfriar o cadinho em dessecador, cerca de 30 minutos, e pesar ( $P_c$ ).

**Obs.1:** A temperatura não deverá ultrapassar 550 °C, pois os minerais (cloretos) podem se perder por volatilização de substâncias.

**Obs.2:** Se as cinzas não estiverem brancas, adicionar algumas gotas de água destilada, secar em bico de bunsen e levar ao forno mufla.

#### IV- Cálculos

- 1) Peso da Amostra  
Aplicar a fórmula:

$$P_d = P_b - P_a$$

Onde:

- $P_d$  = Peso da amostra (g);  
 $P_b$  = Peso do cadinho + amostra (g);  
 $P_a$  = Peso do cadinho (g).

- 2) Peso das cinzas  
Aplicar a fórmula:

$$P_e = P_c - P_a$$

Onde:

- $P_e$  = Peso das cinzas (g);  
 $P_b$  = Peso do cadinho + cinzas (g).

- 3) % de Cinzas Totais  
Aplicar a fórmula:

$$\% \text{ Cinzas Totais} = 100 \cdot P / P_a$$

Onde:

- $P$  = peso das cinzas em gramas;  
 $P_a$  = peso da amostra em gramas.

#### 4) Precisão

Geralmente, em um trabalho analítico, as determinações são realizadas em duplicatas, tornando-se necessário examinar a precisão dos resultados obtidos. A precisão está relacionada com a concordância das medidas entre si, ou seja, quanto maior a dispersão dos valores, menor a precisão. Nas análises realizadas, neste estudo, adotaremos os seguintes procedimentos:

##### 4.1- Média aritmética das medidas

Aplicar fórmula:

$$UM = \frac{(U1 - U2)}{2}$$

Onde:

UM = Umidade média

U1 = Umidade da amostra 1

U2 = Umidade da amostra 2

2 = Número de amostras

##### 4.2- Erro aparente

Aplicar a fórmula:

$$EA1 = |U1 - UM|$$

$$EA2 = |U2 - UM|$$

Onde:

EA = Erro aparente das medidas das amostras com relação a média.

##### 4.3- Desvio relativo a média

Aplicar as fórmulas:

$$DR1 = \frac{EA1*100}{UM}$$

$$DR2 = \frac{EA2*100}{UM}$$

Onde:

DR = Desvio relativo a média

**Obs. 1:** Nas condições das análises sugerimos, para estabelecer um índice de precisão, um desvio relativo em relação a média de até 3%.

#### 5) Exatidão

A exatidão de uma medida está relacionada com o seu erro absoluto relativo a média, isto é, com a proximidade do valor medido em relação ao valor verdadeiro da grandeza. O erro absoluto relativo para a análise da umidade é calculado através da equação:

$$EA = \frac{(UM - UT)}{UT} \times 100$$

Onde:

EA = Erro Absoluto relativo a média determinada

UT = Umidade teórica estimada na amostra.

**Obs. 2:** Nas condições das análises sugerimos, para estabelecer um índice de exatidão, um erro absoluto relativo a média de até  $\pm 10\%$ .

**Obs. 3:** As determinações sugeridas, sobre a média dos resultados, são exemplos, porém, o mesmo tratamento, com relação as medidas, poderia ser aplicado em todos os dados experimentais.

## **4- Fibras**

### **4.1 - Introdução Teórica**

As fibras são privativas do reino vegetal e constituem o sistema de sustentação dos vegetais. Em nenhum caso as fibras podem ser consideradas de origem animal, porque as fibras dos animais são constituídas de proteínas e quantificadas como tais. Estão contidas em todos os alimentos de origem vegetal, em maior ou menor grau, sendo que alguns alimentos de origem animal podem conter fibras, como o caso das conservas de carnes, cujas fibras provêm dos condimentos.

### **4.2 - Métodos para Determinação de Fibras**

Todos os métodos para a determinação de fibras, mais ou menos, se baseiam no mesmo princípio e podem ser comparados com o que acontece no organismo, quando nele ingressa um alimento. Este sofre um primeiro ataque ácido, no estômago (1º etapa: digestão ácida) para logo, no intestino, sofrer um segundo ataque, em meio alcalino (2º etapa: digestão alcalina), onde são absorvidos todos os componentes, exceto as fibras, que não são digeridas, passando a formar o bolo fecal. Portanto, o método de determinação de fibras baseia-se na eliminação de toda substância contida num alimento, com exceção das fibras.

A sua determinação poderá ser feita pelos variados métodos conhecidos: o método de Weender e o método de Henneberg ou método clássico de dupla filtragem.

# AULA PRÁTICA 7

## Determinação de Fibras pelo Método de Weender

### I- Princípio

Os métodos para a determinação de fibras fundamenta-se no duplo ataque ácido/alcalino da amostra, restando as fibras, que são quantificadas por gravimetria.

### II- Material

- Erlenmeyer com tubo de refluxo de 50 ml;
- Suporte metálico;
- Tela amianto;
- Pesa-Filtro com papel de filtro.

### Reagentes

- Solução 0,3 N de ácido sulfúrico;
- Solução 1,5 N de hidróxido de sódio;
- Álcool etílico;
- Éter etílico.

### III- Procedimento Experimental

#### a) Metodologia

- 1 - Manter um pesa filtro com papel de filtro na estufa por 2h a temperatura de 105 °C;
- 2 - Esfriar em dessecador e pesar o papel filtro (Pa), em balança analítica;
- 3 - Pesar um erlenmeyer (Pb);  
Pesar 1 g amostra Erlenmeyer (Pc);
- 4 - Juntar 50 ml de reagente ácido sulfúrico 0,3 N;
- 5 - Adaptar o Erlenmeyer ao condensador;
- 6 - Ferver suavemente por 30 minutos;
- 7 - Esfriar;
- 8 - Juntar 25 ml de reagente NaOH, 1,5 N;
- 9 - Ferver suavemente por 30 minutos;

- 10- Filtrar com papel filtro tarado anteriormente;
- 11- Lavar o papel e o funil, com água destilada até reação neutra;
- 12- Lavar 3 vezes com álcool etílico;
- 13- Lavar 3 vezes com éter etílico;
- 14- Secar o papel no pesa-filtro em estufa até peso constante;
- 15- Tirar da estufa;
- 16- Esfriar em dessecador;
- 17- Pesar, anotar o peso (Pd);
- 18- Calcular.

### IV- Cálculos

- 1) Peso da amostra  
Aplicar a fórmula:

$$Pe = Pc - Pb$$

Onde:

- Pe** = Peso da amostra (g);  
**Pb** = Peso do erlenmeyer (g);  
**Pc** = Peso do erlenmeyer + amostra (g).

- 2) Peso das fibras  
Aplicar a fórmula:

$$Pf = Pd - Pa$$

Onde:

- Pf** = Peso das fibras (g);  
**Pd** = Peso do filtro + fibras (g);  
**Pa** = Peso do filtro (g).

3) % de Fibras  
Aplicar a fórmula:

$$\% \text{ Fibras} = \frac{Pf}{Pe} \times 100$$

Obs.: Os resultados são expressos em gramas de fibras para 100 gramas de alimentos.

4) Precisão

Geralmente, em um trabalho analítico, as determinações são realizadas em duplicatas, tornando-se necessário examinar a precisão dos resultados obtidos. A precisão está relacionada com a concordância das medidas entre si, ou seja, quanto maior a dispersão dos valores, menor a precisão. Nas análises realizadas, neste estudo, adotaremos os seguintes procedimentos:

4.1- Média aritmética das medidas

Aplicar fórmula:

$$UM = \frac{(U1 - U2)}{2}$$

Onde:

UM = Umidade média

U1 = Umidade da amostra 1

U2 = Umidade da amostra 2

2 = Número de amostras

4.2- Erro aparente

Aplicar a fórmula:

$$EA1 = |U1 - UM|$$

$$EA2 = |U2 - UM|$$

Onde:

EA = Erro aparente das medidas das amostras com relação a média.

4.3- Desvio relativo a média  
Aplicar as fórmulas:

$$DR1 = \frac{EA1 * 100}{UM}$$

$$DR2 = \frac{EA2 * 100}{UM}$$

Onde:

DR = Desvio relativo a média

Obs. 1: Nas condições das análises sugerimos, para estabelecer um índice de precisão, um desvio relativo em relação a média de até 3%.

5) Exatidão

A exatidão de uma medida está relacionada com o seu erro absoluto relativo a média, isto é, com a proximidade do valor medido em relação ao valor verdadeiro da grandeza. O erro absoluto relativo para a análise da umidade é calculado através da equação:

$$EA = \frac{(UM - UT)}{UT} \times 100$$

Onde:

EA = Erro Absoluto relativo a média determinada

UT = Umidade teórica estimada na amostra.

Obs. 2: Nas condições das análises sugerimos, para estabelecer um índice de exatidão, um erro absoluto relativo a média de até  $\pm 10\%$ .

Obs. 3: As determinações sugeridas, sobre a média dos resultados, são exemplos, porém, o mesmo tratamento, com relação as medidas, poderia ser aplicado em todos os dados experimentais.

## 5- Proteínas

### 5.1- Introdução Teórica

Proteínas são componentes essenciais a todas as células vivas e estão relacionadas praticamente a todas as funções fisiológicas; são regeneradoras dos tecidos; catalisadores em reações químicas e enzimáticas; formam os hormônios; são necessárias ao sistema imunológico e indispensáveis no crescimento, na reprodução e na formação e manutenção dos tecidos estruturais (músculos) do organismo animal.

Quimicamente as proteínas são polímeros de alto peso molecular, cujas unidades básicas são os aminoácidos, ligados entre si por ligações peptídicas.

Basicamente, as proteínas são constituídas de Carbono (50-55 %), Oxigênio (20-24 %), Nitrogênio (15-18 %), Hidrogênio (6-8 %), Enxofre (0,2-0,3 %) e, raramente, Fósforo (fosfoproteínas). As proteínas sofrem transformações em suas estruturas com maior facilidade, dentre estas, a principal é o processo de hidrólise total (enzimas proteolíticas) que ocorre durante a digestão, onde são transformadas em aminoácidos, que são absorvidos e, novamente ligados, por síntese celular, e transformados em novas proteínas.

### 5.2- Métodos para Determinação de Proteínas

Dentre os diversos métodos para a determinação de proteínas, o mais utilizado é o método de KJELDAHL que determina toda a matéria nitrogenada presente, sendo utilizado como padrão para normalização de outros métodos. O método semi-micro-kjeldahl e as determinações colorimétricas são aceitáveis, em casos especiais, como,

por exemplo, a determinação de proteínas isoladas.

A maioria dos procedimentos para a determinação de nitrogênio e, conseqüentemente, de proteínas totais em alimentos são os seguintes:

#### a) Métodos Químicos

- Destilação Macro-Kjeldahl;
- Destilação Semi-Micro-Kjeldahl;

#### b) Métodos colorimétricos

- Método do Biureto.

A seleção de um método para a determinação de proteínas totais depende das seguintes condições:

- a) Disponibilidade de Equipamentos;
- b) Número de amostras analisadas;
- c) Urgência de resultados;
- d) Grau de precisão desejado e,
- e) Homogeneidade da amostra.

### 5.3- Método Macro-Kjeldahl

O método de Kjeldahl baseia-se na determinação do Nitrogênio total de origem orgânica presente em uma amostra. Isto implica que o Nitrogênio proveniente de outras fontes não protéicas entram no cômputo total. Estes, no entanto, são geralmente componentes menores, e o método de Kjeldahl continua como o método químico mais útil para a determinação de proteínas. Como o teor de Nitrogênio dos diferentes tipos de proteínas é aproximadamente o mesmo, em torno de 16 %, pode-se multiplicar a porcentagem de Nitrogênio total encontrado por um fator de 6,25 (100/16) para obtermos a porcentagem de proteína na amostra. Pode-se, ainda, utilizar fatores específicos para cada tipo de alimento.



**TABELA 4**  
**Fator específico para alimentos na**  
**determinação de proteínas pelo**  
**método Macro-Kjeldahl:**

Alimento	Fator
Gelatina	5,55
Farinha de Trigo	5,70
Arroz	5,35
Soja	6,00
Carnes	6,25
Lácteos	6,38
Ovos	6,68

A determinação da porcentagem de nitrogênio (proteína total) pelo método de Kjeldahl é dividida em três etapas:

1ª.- Digestão Química da amostra por  $H_2SO_4$ ;

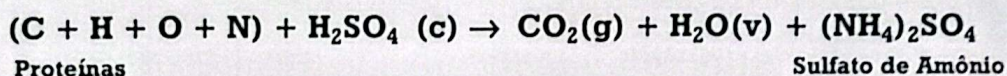
2ª.- Destilação da amônia por NaOH;

3ª.- Titulação da amônia por HCl.

Na Digestão Química, pela ação do ácido Sulfúrico, o Carbono, Hidrogênio e o Oxigênio, são liberados como gás carbônico e vapor de água, sendo o Nitrogênio, presente na matéria orgânica, transformado em  $NH_3$  (amônia) e fixado sob a forma de um sal solúvel, o Sulfato de Amônio. Utiliza-se nesta etapa uma mistura catalítica formada por Sulfato de Cobre pentaidratado, que age como catalisador oxidante, e o Sulfato de Potássio, utilizado para aumentar a temperatura de ebulição, acelerando o processo de digestão química.

#### QUADRO 4

##### Processo de digestão química de proteínas

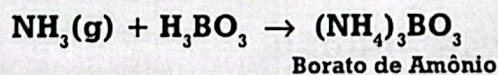
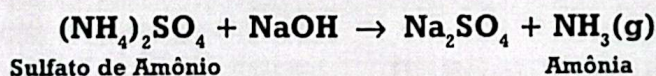


Na Destilação, a Amônia que estava em meio ácido na forma de Sulfato de Amônio ( $(NH_4)_2SO_4$  (forma não volátil) é liberada, por ação do Hidróxido de Sódio, na forma

de  $NH_3$  (forma volátil), sendo então recolhida e condensada em solução de um ácido fraco (ácido Bórico) no final do destilador.

#### QUADRO 5

##### Reações químicas da destilação

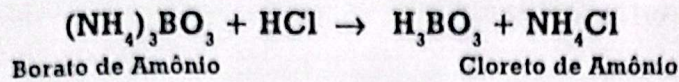


A solução de Ácido Bórico empregada não é padronizada, e o seu volume não precisa ser conhecido exatamente.

Na Titulação, o Borato de Amônio é titulado por um ácido forte (HCl) padronizado que desloca a amônia da molécula de Borato, formando Cloreto de Amônio.

## QUADRO 6

### Reações químicas da titulação



O cálculo, neste caso, é direto, sendo o número de equivalentes do ácido consumido igual ao número de equivalentes da Amônia (Nitrogênio presente na proteína da amostra).

#### 5.4- Método do Biureto

A determinação de proteínas totais pelo método do reagente de Biureto tem por princípio o fato de que compostos que contenham duas ou mais ligações peptídicas (proteínas) produzem uma coloração

característica em contato com solução alcalina de Sulfato de Cobre. A coloração produzida é devida à reação do átomo de Cobre com o Nitrogênio da ligação peptídica; quanto maior o número de ligações, maior a coloração que é identificada por um colorímetro.

O teste de Biureto é facilmente aplicado em alimentos com uma quantidade relativamente grande de proteínas (1 a 20 mg), para a formação da coloração. É indicado na determinação de proteínas em Carnes em geral.

# AULA PRÁTICA 8

## Determinação de Proteína pelo Método Macro-Kjeldahl

### 1ª parte - digestão da amostra

#### I- Princípio

Determinar o conteúdo de proteínas através do método Macro-Kjeldahl pela digestão de uma amostra-padrão, por ácido Sulfúrico a quente.

#### II- Procedimento Experimental

1- Pesar, em balança analítica, num papel filtro, 1 g da amostra (triturada se necessário) junto com 10 g de uma mistura catalítica (anexo 01), fazer um rolinho com o papel filtro e transferir para o tubo de Kjeldahl de 500 ml, com cerca de 20 pérolas de vidro, para impedir a ebulição violenta;

2- Pipetar volumetricamente 20 ml de ácido Sulfúrico concentrado, com o auxílio de um pipetador de borracha. Transferir para o balão de Kjeldahl, borrifando o conteúdo sobre a amostra. Agitar o frasco para misturar bem;

3- Transferir o balão de Kjeldahl para o digestor, ligando inicialmente o exaustor para, em seguida, acoplar o balão ao mesmo, e ligar a resistência de aquecimento. Aquecer cuidadosamente (sem vapores brancos e gases tóxicos), girando o frasco de vez em quando para evitar a carbonização na parede do balão, até que o líquido esteja límpido de coloração azul claro (cerca de 90 minutos). Deixar no digestor por mais 30 minutos. Desligar a resistência e esfriar o balão até aproximadamente 40 °C;

4- Após o resfriamento, acrescentar 100 ml de água destilada e misturar bem. Transferir o conteúdo para um balão volumétrico de

250ml e lavar o tubo de Kjeldahl com água destilada. Completar o volume do balão volumétrico e transferir para um vidro âmbar com tampa (previamente limpo). Reservar a solução para a próxima aula.

#### ANEXO 1

##### Preparo da Mistura Catalítica.

#### I- Procedimento

- 1- Tarar um almofariz limpo em balança semi-analítica;
- 2- Pesar 94 % de  $K_2SO_4$  e 6 % de  $CuSO_4$ ;
- 3- Homogeneizar com o auxílio de um Pistilo;
- 4- Transferir para a amostra.

#### ANEXO 2

##### Preparo de Solução 0,1 M de NaOH

#### I- Objetivo

Preparar e padronizar uma solução de NaOH para uso em análise química.

#### II- Procedimento Experimental

##### a) Preparo da Solução de NaOH 0,1 M

- 1 - Ferver cerca de 600 ml de água destilada durante 5 minutos, para eliminar o  $CO_2$ , e resfriar;
- 2 - Pesar cerca de 1 grama de NaOH em balança semi-analítica em um béquer de 100 ml;

- 3- Dissolver com cerca de 100 ml de água destilada fervida;
- 4- Após a dissolução, transferir com o auxílio do bastão de vidro e do funil para um balão volumétrico de 250 ml;
- 5- Lavar o bequer 3 vezes com 40 ml de água destilada e fervida, transferindo para o balão de 250 ml;
- 6- Completar o volume até o menisco;
- 7- Tampar e homogeneizar a solução;
- 8- Guardar a solução em frasco plástico com tampa, previamente lavado e enxaguado com água destilada e com a própria solução de NaOH.

#### b) Padronização com Ftalato Ácido de Potássio

- 9- Secar o Ftalato ácido de potássio em estufa a 105 °C até peso constante;
- 10- Pesar, em balança analítica, 0,1 gramas de Ftalato em béquer de 100 ml;
- 11- Proceder como nos itens 3, 4, 5, 6 e 7;
- 12- Separar 3 amostras de 10 ml de solução de Ftalato em erlenmeyer de 125 ml, juntar 2 a 3 gotas de fenoltaleína a 1 %, e titular com a solução de NaOH 0,1 M, até o aparecimento de uma coloração rósea clara persistente.

Obs.: Repetir o mesmo procedimento utilizando um branco (análise sem a amostra alimentícia) para eliminação dos erros experimentais.

### III- Cálculos

1) Peso da Amostra (g)

Aplicar a fórmula:

$$Pa = Pfa - Pf$$

Onde:

**Pa** = Peso da amostra (g);

**Pfa** = Peso do filtro + amostra (g);

**Pf** = Peso do filtro (g).

2) Molaridade Teórica de Solução de NaOH (Eq.=40,01g)

Aplicar a fórmula:

$$M = \frac{m}{V (l)}$$

onde:

**M** = Molaridade da solução

**m** = Massa do reagente ou soluto

**V(p)** = Volume em litro da solução

3) Molaridade da Solução de Ftalato Ácido de Potássio

(C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>COOK.COOH, Eq.= 204,22g)

Aplicar a fórmula:

$$M = \frac{m}{V (l)}$$

4) Molaridade Padronizada da Solução de NaOH

Aplicar a fórmula:

$$M_1 V_1 = M_2 V_2$$

onde:

Índice 1, utilizado para NaOH

Índice 2, utilizado para C<sub>6</sub>H<sub>4</sub>COOK.COOH

5) Fator de Correção da Solução de NaOH

Aplicar a fórmula:

$$f = \frac{Mp}{Mt}$$

onde:

**f** = Fator de correção para a molaridade da solução

**Mp** = Molaridade padronizada da solução

**Mt** = Molaridade teórica da solução

## AULA PRÁTICA 9

### Determinação de Proteínas pelo Método Macro-Kjeldahl 2ª parte - destilação e titulação

#### I- Princípio

Determinar o conteúdo de nitrogênio contido em um sal de ácido sulfúrico, pela neutralização com hidróxido de sódio e titulação com ácido clorídrico.

#### II- Procedimento Experimental

##### a) Destilação

- 1- Transferir, com o auxílio de uma pipeta, uma alíquota de 50 ml da solução de proteína (sal de ácido sulfúrico) para um balão de Kjeldahl de 500 ml, e acrescentar 20 pérolas de vidro.
- 2- Acoplar à saída do condensador um erlenmeyer de 125 ml contendo 25 ml de solução de Ácido Bórico a 5 % p/v (Anexo 03) e 4 gotas de indicador misto de Tashiro (Anexo 04).
- 3- Neutralizar a solução de proteína com 35 ml de solução de NaOH a 33 % p/v (anexo 05) e acoplar, imediatamente, ao destilador, para evitar perda de amônia.
- 4- Ligar o aquecimento e a água corrente para iniciar a destilação.
- 5- Destilar a solução até que toda a amônia seja recolhida na solução de  $H_3BO_3$ , observando:

##### b) Titulação

- 6- Encher a bureta de 50 ml com a solução de HCl 0,1 M padronizada (Anexo 06);
- 7- Titular o destilado até toda a Amônia ser neutralizada e a solução tornar-se azulada.

#### Anexo 3

##### Preparo de Solução de $H_3BO_3$ a 5% p/v

- 1- Ferver cerca de 600 ml de água destilada durante 5 minutos, para eliminar o  $CO_2$ , e resfriar;
- 2- Pesar cerca de 5 gramas de  $H_3BO_3$  em balança semi-analítica em um béquer de 100 ml;
- 3- Dissolver com cerca de 40 ml de água destilada fervida;
- 4- Após a dissolução, transferir com o auxílio do bastão de vidro e do funil para um balão volumétrico de 100 ml;
- 5- Lavar o béquer 3 vezes com 20 ml de água, transferindo para o balão de 100 ml;
- 6- Completar o volume até o menisco.

#### Anexo 4

##### Preparo do Indicador Misto de Tashiro

- 1- Misturar quantidades iguais de solução de vermelho de metila a 0,2 % em álcool etílico e solução aquosa de azul de metileno a 0,1 %.

#### Anexo 5

##### Preparo de Solução de NaOH a 33% p/v

- 1- Ferver cerca de 600 ml de água destilada durante 5 minutos, para eliminar o  $CO_2$ , e resfriar;
- 2- Pesar cerca de 33 gramas de NaOH em balança semi-analítica em um béquer de 100 ml;

- 3- Dissolver com cerca de 40 de água destilada fervida;
- 4- Após a dissolução, transferir com o auxílio do bastão de vidro e do funil para um balão volumétrico de 100 ml;
- 5- Lavar o béquer 3 vezes com 20 ml de água, transferindo para o balão de 100 ml;
- 6- Completar o volume até o menisco.

## Anexo 6

### Preparo de Solução 0,1 M de HCl

#### I- Objetivo

Preparar e padronizar uma solução de HCl para uso em análise de proteínas.

#### II- Procedimento Experimental

##### a) Preparo da Solução de HCl 0,1 M

- 1- Ferver cerca de 600 ml de água destilada durante 5 minutos, para eliminar o CO<sub>2</sub>, e resfriar;
- 2- Diluir cerca de 2,2 ml em um balão volumétrico de 250 ml com cerca de 150 ml de água destilada fervida (ácido na água);
- 3- Completar o volume do balão até o menisco;
- 4- Tampar e homogeneizar a solução;
- 5- Guardar a solução em frasco ambar com tampa, previamente lavado e enxaguado com água destilada e com a própria solução de HCl.

##### b) Padronização com solução de NaOH 0,1 M

- 9- Titular 3 amostras de 10 ml de solução de NaOH 0,1 M, previamente padronizada, em erlenmeyer de 125 ml, juntar 2 a 3 gotas

de fenoltaleína a 1 % e titular com a solução de HCl 0,1 M, até o aparecimento de uma coloração rósea clara persistente.

#### III- Cálculos

6) Molaridade Teórica da Solução de HCl (Eq.= 36,465 g, d=1,18, 37,2%)

Aplicar a fórmula:

$$M = \frac{m}{V (l)}$$

7) Molaridade Padronizada da Solução de HCl

Aplicar a fórmula:

$$M_1 V_1 = M_2 V_2$$

8) Fator de Correção da Solução de HCl

Aplicar a fórmula:

$$f = \frac{M_p}{M_t}$$

9) % de Nitrogênio na Amostra

Aplicar a fórmula:

$$\% N = [(V_{HCl} - V_{Br}) \times f / P] \times 0,0014 \times 100 \times 5$$

Onde:

**VHCl** = ml de solução de HCl 0,1 M gastos na titulação.

**VBr** = ml de HCl 0,1 M gastos na titulação da amostra do branco.

**f** = fator de correção da solução de HCl 0,1 M.

**P** = peso da amostra em gramas.

**5** = correção da alíquota da amostra.

**0,0014** = gramas de Nitrogênio que equivale a 1 ml de HCl 0,1 M.

## 10) % de Proteínas na Amostra

Aplicar a fórmula:

$$\% \text{ Proteínas} = \text{Fator específico} \times \% \text{ N}$$

## 11) Precisão

Geralmente, em um trabalho analítico, as determinações são realizadas em duplicatas, tornando-se necessário examinar a precisão dos resultados obtidos. A precisão está relacionada com a concordância das medidas entre si, ou seja, quanto maior a dispersão dos valores, menor a precisão. Nas análises realizadas, neste estudo, adotaremos os seguintes procedimentos:

### 11.1- Média aritmética das medidas

Aplicar fórmula:

$$UM = \frac{(U1 - U2)}{2}$$

Onde:

UM = Umidade média

U1 = Umidade da amostra 1

U2 = Umidade da amostra 2

2 = Número de amostras

### 11.2- Erro aparente

Aplicar a fórmula:

$$EA1 = |U1 - UM|$$

$$EA2 = |U2 - UM|$$

Onde:

EA = Erro aparente das medidas das amostras com relação a média.

### 11.3- Desvio relativo a média

Aplicar as fórmulas:

$$DR1 = \frac{EA1 \cdot 100}{UM}$$

$$DR2 = \frac{EA2 \cdot 100}{UM}$$

Onde:

DR = Desvio relativo a média

**Obs. 1:** Nas condições das análises sugerimos, para estabelecer um índice de precisão, um desvio relativo em relação a média de até 3%.

## 12) Exatidão

A exatidão de uma medida está relacionada com o seu erro absoluto relativo a média, isto é, com aproximação do valor medido em relação ao valor verdadeiro da grandeza. O erro absoluto relativo para a análise da umidade é calculado através da equação:

$$EA = \frac{(UM - UT)}{UT} \times 100$$

Onde:

EA = Erro Absoluto relativo a média determinada

UT = Umidade teórica estimada na amostra.

**Obs. 2:** Nas condições das análises sugerimos, para estabelecer um índice de exatidão, um erro absoluto relativo a média de até  $\pm 10\%$ .

**Obs. 3:** As determinações sugeridas, sobre a média dos resultados, são exemplos, porém, o mesmo tratamento, com relação as medidas, poderia ser aplicado em todos os dados experimentais.

## **6- Lipídios**

### **6.1- Introdução Teórica**

Os Lipídios formam, juntamente com os Carboidratos e as proteínas, o grupo de compostos mais importante nos alimentos. São freqüentemente encontrados na natureza, tanto em vegetais como em animais, constituindo-se na principal fonte de energia utilizada pelo homem, pois fornecem mais calorias do que os carboidratos e as proteínas. São definidos como substâncias constituídas de Carbono, Hidrogênio e Oxigênio, com traços de Fósforo, Nitrogênio e Enxofre, que formam um éster de ácido graxo e glicerol. São compostos encontrados nos organismos vivos, geralmente insolúveis em água e solúveis em compostos orgânicos, propriedades que permitem a sua extração e determinação.

### **6.2- Métodos para Determinação de Lipídeos**

A determinação do teor de Lipídios (Gorduras) em um alimento é realizada normalmente por extração direta de um solvente; extração indireta seguida por um tratamento com álcali ou ácido, ou ainda, por medida em um tubo graduado do volume de gordura, separada ao misturar a amostra com ácido sulfúrico, reagentes neutros, seguida de centrifugação (método volumétrico).

Em determinadas amostras de alimentos nem sempre é possível a extração direta da gordura. Se a amostra está úmida, é necessário proceder a uma secagem, pois a água impede a penetração total do solvente. O éter de petróleo é o melhor agente de extração direta de gorduras,

podendo ser utilizados outros solventes, tais como éter dietílico, hexanol etc.

No caso da interferência da proteína na extração direta, será necessária a hidrólise da amostra com ácidos, álcoois ou álcalis (método de Rose-Gottlier, BabcoK).

Em amostras que podem ser extraídas diretamente, são utilizados dispositivos que permitem a extração automática, refluxando o solvente pela amostra (método de Soxhlet).

A escolha de um ou outro método depende, basicamente, do tipo de alimento e das condições em que os lipídios se encontram nos mesmos, para que se possa determinar a necessidade ou não de determinados tratamentos prévios.

### **6.3- Extração Etérea em Meio Ácido**

Método de extração fundamentado na ação preliminar do Hidróxido de Sódio (dissolver os protídios) e do Ácido Clorídrico (dissolver Protídios e liberar os Lipídios) e da mistura de Éter Etílico e Éter de Petróleo para solubilizar os Lipídios. O Éter de Petróleo reduz a solubilidade das substâncias não lipídicas solúveis no Éter Etílico. Os Lipídios extraídos são determinados pela secagem da mistura em estufa.

### **6.4- Butirômetro de Gerber**

Método para determinação da porcentagem de Gordura, fundamenta-se em um ataque seletivo e destruição da matéria orgânica por meio de Ácido Sulfúrico, com exceção da gordura, que é separada por centrifugação, auxiliada pelo álcool amílico, que modifica a tensão superficial entre a gordura e a solução.



### **6.5- Método de Extração por Soxhlet**

Este método baseia-se na propriedade de solubilização da gordura em determinados solventes, Éter Etílico, Éter de Petróleo ou Hexano, que são aquecidos e refluxados continuamente pela amostra. Os Lipídios extraídos são posteriormente determinados, após a retirada do solvente, por secagem em estufa.

### **6.6- Método de Roesse-Gottlier**

Utiliza-se neste processo o Hidróxido de Sódio para precipitar a Proteína, neutralizar a acidez e reduzir a viscosidade em amostras líquidas. O Álcool Etílico é utilizado para quebrar a emulsão Gordura-Proteína e a mistura Éter Etílico e Éter de Petróleo para extrair a Gordura, que é determinada gravimetricamente. O Éter de Petróleo é utilizado para diminuir a solubilidade das substâncias não lipídicas, solúveis no Éter Etílico.

# AULA PRÁTICA 10

## Determinação de Lipídios pelo Método de Soxhlet

### I- Princípio

Fundamenta-se na solubilidade dos lipídios em determinados solventes que, após a extração, são determinados gravimetricamente.

### II- Material

- Balança analítica;
- Banho-maria a 65 °C;
- Papel filtro;
- Algodão desengordurado;
- Extrator de Soxhlet;
- Chapa aquecedora;
- Balão de Soxhlet de 250 ml;
- Bastão de vidro;
- Estufa a 105 °C;
- Dessecador;
- Pérolas de vidro.

### Reagentes

- Hexano.

### III- Procedimento Experimental

- 1 - Secar o Balão de Soxhlet por 1 hora em estufa a 105 °C;
- 2 - Esfriar em dessecador e pesar (Pa);
- 3 - Preparar um cartucho de papel filtro;
- 4 - Pesar o cartucho (Pb);
- 5 - Pesar cerca de 1 g da amostra no cartucho e cobrir com algodão (Pc);
- 6 - Inserir o Cartucho na secção central do Extrator de Soxhlet;
- 7 - Adicionar 120 ml de Hexano no Balão de Soxhlet;
- 8 - Montar o aparelho de Soxhlet, conectando todas as mangueiras do condensador e ligar a água;
- 9 - Ligar o aquecimento e controlar a velocidade de extração na razão de 5 a 6 gotas/segundo, medindo o tempo de refluxo do solvente;
- 10- Continuar a extração por 90 minutos;
- 11- Completando o tempo de extração, deixar completar o refluxo, desligar o aquecimento, remover o condensador e retirar o cartucho da secção central, com o auxílio de uma pinça;
- 12- Fechar a secção central com o condensador, ligar o aquecimento e reestabelecer o fluxo de solvente, até que a secção central apresente um volume abaixo da tubulação de refluxo.
- 13- Desligar o aquecimento, remover o condensador e despejar o Hexano no recipiente adequado (hexano recuperado);
- 14- Repetir a operação, itens 12 a 13 até a retirada quase total do solvente;
- 15- Transferir o Balão para uma estufa a 105 °C, por cerca de 30 minutos;
- 16- Esfriar o Balão em dessecador e pesar (Pd);
- 17- Se o peso não for constante, repetir os itens 15 e 16;
- 18- Se o peso for constante, calcular o teor de Lipídios na amostra.

## IV- Cálculos

1) Peso da amostra

Aplicar a fórmula:

$$P_e = P_c - P_b$$

Onde:

$P_e$  = Peso da amostra (g);

$P_b$  = Peso do cartucho (g);

$P_c$  = Peso do cartucho + amostra (g).

2) Peso dos Lipídios

Aplicar a fórmula:

$$P_f = P_d - P_a$$

Onde:

$P_f$  = Peso dos Lipídios (g);

$P_d$  = Peso do balão seco após a extração (g);

$P_a$  = Peso do balão seco (g).

3) % de Lipídios

Aplicar a fórmula:

$$\% \text{ Lipídios} = ( P_f / P_e ) \times 100$$

4) Precisão

Geralmente, em um trabalho analítico, as determinações são realizadas em duplicatas, tornando-se necessário examinar a precisão dos resultados obtidos. A precisão está relacionada com a concordância das medidas entre si, ou seja, quanto maior a dispersão dos valores, menor a precisão. Nas análises realizadas, neste estudo, adotaremos os seguintes procedimentos:

4.1- Média aritmética das medidas

Aplicar fórmula:

$$UM = \frac{(U1 - U2)}{2}$$

Onde:

$UM$  = Umidade média

$U1$  = Umidade da amostra 1

$U2$  = Umidade da amostra 2

2 = Número de amostras

4.2- Erro aparente

Aplicar a fórmula:

$$EA1 = | U1 - UM |$$

$$EA2 = | U2 - UM |$$

Onde:

$EA$  = Erro aparente das medidas das amostras com relação a média.

4.3- Desvio relativo a média

Aplicar as fórmulas:

$$DR1 = \frac{EA1 * 100}{UM}$$

$$DR2 = \frac{EA2 * 100}{UM}$$

Onde:

$DR$  = Desvio relativo a média

**Obs. 1:** Nas condições das análises sugerimos, para estabelecer um índice de precisão, um desvio relativo em relação a média de até 3%.

### 5) Exatidão

A exatidão de uma medida está relacionada com o seu erro absoluto relativo a média, isto é, com a proximidade do valor medido em relação ao valor verdadeiro da grandeza. O erro absoluto relativo para a análise da umidade é calculado através da equação:

$$EA = \frac{(UM - UT)}{UT} \times 100$$

Onde:

EA = Erro Absoluto relativo a média determinada

UT = Umidade teórica estimada na amostra.

**Obs. 2:** Nas condições das análises sugerimos, para estabelecer um índice de exatidão, um erro absoluto relativo a média de até  $\pm 10\%$ .

**Obs. 3:** As determinações sugeridas, sobre a média dos resultados, são exemplos, porém, o mesmo tratamento, com relação as medidas, poderia ser aplicado em todos os dados experimentais.

## AULA PRÁTICA 11

### Determinação de Lipídios pelo Método do Butirômetro - modificado para amostra em pó

#### I- Princípio

Fundamenta-se o presente método no ataque seletivo da matéria orgânica pelo ácido sulfúrico, menos a gordura, com posterior separação por centrifugação e modificação da tensão superficial pelo álcool amílico.

#### II- Material

- Balança analítica
- Banho-maria a 65°C
- Centrífuga
- Butirômetro
- Béquer de 50 ml
- Pipeta graduada de 5 ml
- Pipeta graduada de 10 ml
- Bastão de vidro
- Termômetro

#### Reagentes

- Ácido Sulfúrico densidade 1,80
- Álcool Isoamílico densidade 0,815

#### Preparo dos reagentes

Ácido sulfúrico densidade 1,820: misturar com cuidado 120 ml de água com 925 ml de ácido sulfúrico densidade 1,840. Esfriar e conferir com densímetro.

#### III- Procedimento Experimental

##### a) Preparo da Amostra

- 1 - Pesar 33 g da amostra, em um béquer de 100 ml, com o auxílio de uma balança semi-analítica;

- 2 - Acrescentar cerca de 40 ml de água destilada ao béquer, para dissolver a amostra;
- 3 - Aquecer ligeiramente a amostra em banho-maria;
- 4 - Transferir para um balão volumétrico de 100 ml;
- 5 - Lavar o béquer com água destilada, aquecer ligeiramente, e transferir para o balão volumétrico, repetindo 3 vezes;
- 6 - Resfriar e completar o volume do balão volumétrico;

##### b) Método do Butirômetro

- 7 - Colocar no butirômetro 10 ml de ácido sulfúrico densidade 1,820;
- 8 - Adicionar 11 ml da amostra diluída, com cuidado para não misturar com o ácido, e em seguida 1 ml de álcool isoamílico;
- 9 - Enxugar com papel de filtro as bordas da boca do butirômetro e fechar com a rolha apropriada;
- 10- Agitar invertendo várias vezes o butirômetro de modo que os 3 líquidos se misturem. Tomar cuidado, pois há aquecimento; logo, deve-se segurar com pano;
- 11- Levar ao banho-maria a 65°C por 5 minutos com a rolha para baixo;
- 12- Centrifugar durante 5 minutos a 1000-1200 rpm em centrífuga de Gerber;
- 13- Levar ao banho-maria a 65°C por 5 minutos com a rolha para baixo;
- 14- Retirar o butirômetro de banho, mantendo a rolha para baixo e manejando a mesma, e colocar a camada de gordura dentro da escala do butirômetro.

**Obs. 1:** A leitura deverá ser feita na parte inferior do menisco e dará diretamente a percentagem de gordura.

**Obs. 2:** Se a coluna não está bem delineada, homogeneizar novamente, centrifugar novamente e levar ao banho-maria, fazendo nova leitura.

#### IV- Cálculos

##### 1) Peso da Amostra (P)

Aplicar a fórmula:

$$P = PBA - PB$$

Onde:

**P** = Peso da amostra (g);  
**PBA** = Peso da Bequer com a amostra (g);  
**PB** = Peso do Bequer (g).

##### 2) Concentração da Amostra (C)

Aplicar a fórmula:

$$C = \frac{P(g)}{V(mL)}$$

Onde:

**C** = Concentração (g/mL);  
**P** = Peso da amostra (g);  
**V** = Volume da diluição da amostra (mL).

##### 3) % de Gordura

Aplicar a fórmula:

$$\% \text{ gordura} = \frac{B \times 100}{11 \times C}$$

Onde:

**B** = Leitura do Butirômetro (%).

##### 4) Precisão

Geralmente, em um trabalho analítico, as determinações são realizadas em duplicatas, tornando-se necessário examinar a precisão dos resultados obtidos. A precisão está relacionada com a concordância das medidas entre si, ou seja, quanto maior a dispersão dos valores, menor a precisão. Nas análises realizadas, neste estudo, adotaremos os seguintes procedimentos:

##### 4.1- Média aritmética das medidas

Aplicar fórmula:

$$UM = \frac{(U1 - U2)}{2}$$

Onde:

**UM** = Umidade média  
**U1** = Umidade da amostra 1  
**U2** = Umidade da amostra 2  
**2** = Número de amostras

##### 4.2- Erro aparente

Aplicar a fórmula:

$$EA1 = |U1 - UM|$$

$$EA2 = |U2 - UM|$$

Onde:

**EA** = Erro aparente das medidas das amostras com relação a média.

##### 4.3- Desvio relativo a média

Aplicar as fórmulas:

$$DR1 = \frac{EA1 \times 100}{UM}$$

$$DR2 = \frac{EA2 \times 100}{UM}$$

Onde:

DR = Desvio relativo a média

**Obs. 1:** Nas condições das análises sugerimos, para estabelecer um índice de precisão, um desvio relativo em relação a média de até 3%.

### 5) Exatidão

A exatidão de uma medida está relacionada com o seu erro absoluto relativo a média, isto é, com a proximidade do valor medido em relação ao valor verdadeiro da grandeza. O erro absoluto relativo para a análise da umidade é calculado através da equação:

$$EA = \frac{(UM - UT)}{UT} \times 100$$

Onde:

EA = Erro Absoluto relativo a média determinada

UT = Umidade teórica estimada na amostra.

**Obs. 2:** Nas condições das análises sugerimos, para estabelecer um índice de exatidão, um erro absoluto relativo a média de até  $\pm 10\%$ .

**Obs. 3:** As determinações sugeridas, sobre a média dos resultados, são exemplos, porém, o mesmo tratamento, com relação as medidas, poderia ser aplicado em todos os dados experimentais.

## 7- Glicídios

### 7.1 - Introdução Teórica

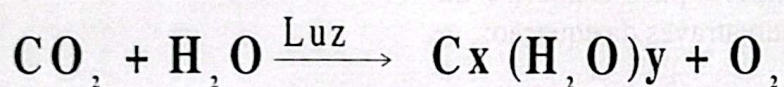
Carboidratos ou Glicídios abrangem um dos maiores grupos de compostos orgânicos encontrados na natureza e, juntamente com as proteínas, formam os

constituintes principais dos organismos vivos, além de serem a mais abundante e econômica fonte de energia para o homem.

São sintetizados na natureza, através do processo de fotossíntese, onde a partir do dióxido de carbono e da água são obtidos principalmente amido, celulose e sacarose.

### QUADRO 7 Síntese de Carboidratos por Fotossíntese

#### CLOROFILA



Carboidratos são definidos de uma maneira geral como Polioidroxialdeídos ou Polioidroxiaçetonas. Nesse grupo de compostos, têm-se os mais variados tipos de substâncias, desde os Monossacarídeos, representados pela Glicose, os Dissacarídeos, dos quais os mais freqüentes em alimentos são a Sacarose e a Lactose, até aos Polissacarídeos como o Amido e a Celulose.

Os Monossacarídeos são definidos como os Carboidratos mais simples, e que podem ser hidrolisados a açúcares de menor peso molecular. São classificados em Aldoses (polioidroxialdeídos) e Cetoses (polioidroxiaçetonas) e podem ser divididas em Trioses, Tetoses, Pentoses, Hexoses etc., de acordo com o número de cadeias. Dentre as Aldo-Hexoses, é a D-Glucose encontrada em maior quantidade na natureza, tanto na forma livre ou compondo parte de outros carboidratos. É o único constituinte dos polissacarídeos: amido, celulose e glicogênio. Associada a frutose, uma Ceto-hexose, amplamente distribuída na natureza, forma um Dissacarídeo muito importante: a Sacarose.

A Glicose, facilmente solúvel em água, e suas soluções são opticamente ativas. Reduzem facilmente soluções alcalinas de  $\text{C}^{++}$  e  $\text{C}^+$  (reação de Fehling) e soluções amoniacaís de  $\text{Ag}^+$  prata metálica (reação de Tollens).

### QUADRO 8 Principais Aldo-Hexoses

H-C=O   H-C-OH   HO-C-H   HO-C-H   H-C-OH   H <sub>2</sub> -C-OH	H-C=O   HO-C-H   HO-C-H   H-C-OH   H-C-OH   H <sub>2</sub> -C-OH	H-C=O   H-C-OH   HO-C-H   H-C-OH   H-C-OH   H <sub>2</sub> -C-OH
<b>D-Galactose</b>	<b>D-Manose</b>	<b>D-Glucose</b>



## 7.2 - Método para Determinação de Glicídios

Para a determinação dos glicídios, é necessário que os carboidratos complexos (amido, sacarose e lactose) presentes na amostra sejam convertidos ao mais simples (glicose) por hidrólise ácida ou enzimática.

Os métodos para determinação de glicídios estão baseados nas propriedades físicas das suas soluções ou no poder redutor dos glicídios mais simples (glicose).

Dentre os métodos físicos para soluções de composição conhecidas, são determinados: o índice de Refração (IR), a Densidade ou método Polarimétrico, que é o mais empregado.

Os métodos de redução (determinação quantitativa) resumem-se em pesar ou titular a quantidade de óxido de cobre precipitado de uma solução de cobre. Pôr um volume conhecido da solução de glicídios ou medir o volume de uma solução de glicídios o necessário para reduzir completamente um volume conhecido da

solução de cobre (reagente de Fehling).

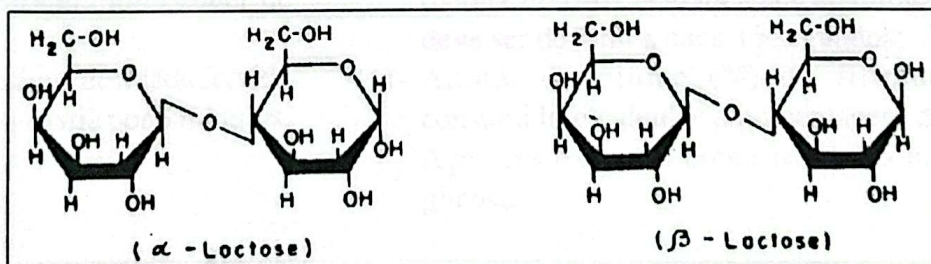
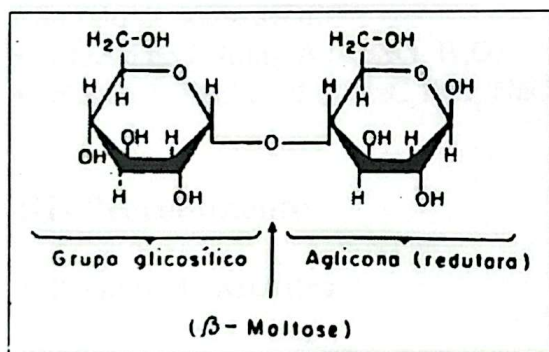
Qualquer que seja o volume a ser analisado, é inicialmente necessária a obtenção de uma solução de glicídios presentes, livre de substâncias que possam interferir no processo escolhido para a determinação.

Para isso, usam-se soluções clarificadoras, tais como: Creme Alumina, Solução Neutra de Acetato Chumbo, as quais precipitam as substâncias interferentes.

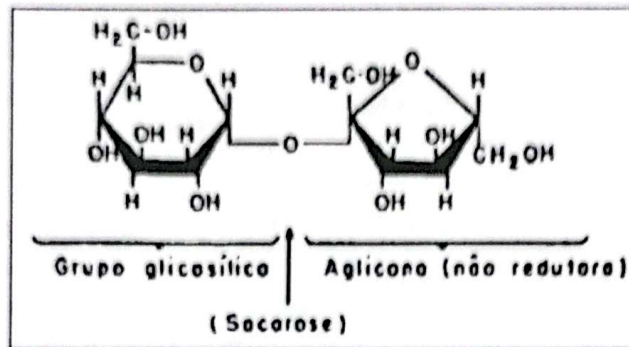
## 7.3- Açúcares redutores

Para definir açúcares como redutores ou não, analisaremos primeiramente os dissacarídios, que são glicosídios constituídos de duas moléculas, uma de glicose ligada a outro monômero conhecido como aglicona. Quando a aglicona apresentar um grupo OH livre para reagir na posição C1 (C ligado ao O na cadeia fechada), o açúcar é considerado como redutor. Os redutores reduzem a solução de Fehling, soluções amoniacais de íons de prata e sofrem processos de mutarotação.

### Exemplos de Dissacarídeos Redutores:



### Exemplo de Dissacarídeos não Redutores:



Obs.: Todos os monossacarídeos são redutores.

# AULA PRÁTICA 12

## Determinação de Glicídios Redutores em Glicose

### I- Princípio

O método é baseado na reação de redução pela glicose (açúcar redutor) do Sulfato de Cobre em meio alcalino (Solução de Fehling), formando um precipitado Vermelho de Óxido Cúprico.

### II- Material

- Balão volumétrico de 100 ml;
- Bastão de vidro;
- Béquer de 100 ml e 20 ml;
- Bureta de 25 ml;
- Erlenmeyer de 250 ml;
- Filtro de papel Whatman 01 e 04;
- Pipeta volumétrica de 10 e 20 ml;
- Proveta de 50 ml.

### Reagentes

- Solução de acetato neutro de chumbo, saturada (50 ml);
- Sulfato de sódio seco;
- Solução de Fehling A ( $\text{CuSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ );
- Solução de Fehling B ( $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot \text{NaOH}$ ).

### III- Procedimento

#### a) Preparo da Amostra

- 1 - Pesar 5 g da amostra em um béquer de 100 ml;
- 2 - Adicionar 50 ml de água destilada fervida e aquecer em banho-maria por 5 minutos. Esfriar.

- 3 - Clarificar a amostra com 1,5 ml de Solução de Acetato Neutro de Chumbo Saturada.
- 4 - Transferir a mistura para um balão volumétrico de 100 ml, lavando o béquer diversas vezes com água destilada. Completar o volume até o menisco;
- 5 - Filtrar o conteúdo do balão com filtro de papel seco Whatman 04, recebendo o filtrado em um béquer de 200 ml;
- 6 - Precipitar o excesso de Chumbo, adicionando ao filtrado Sulfato de Sódio seco até turvar o filtrado;
- 7 - Filtrar em filtro Whatman 01, recebendo o filtrado em erlenmeyer de 250 ml.

#### b) Método de Lane-Aynon

- 8 - Pipetar 10 ml de cada uma das soluções de Fehling A e B em um erlenmeyer de 125 ml e adicionar 40 ml de água destilada fervida;
- 9 - Aquecer a mistura de Fehling até a ebulição;
- 10- Transferir o filtrado para uma bureta de 25 ml, adicionando-o gota a gota sobre a mistura de Fehling em ebulição, até que esta mude de cor para azul escuro, adicionar 2 gotas de azul de Metileno a 1 % e continuar o gotejamento do filtrado até a completa descoloração do indicador (de azul escuro para incolor, com formação de precipitado Vermelho de óxido Cuproso). A velocidade do filtrado deve ser de 1 ml a cada 15 segundos;
- 11- Anotar o volume (V) do filtrado consumido e calcular a porcentagem de Açúcares expresso como redutores em glicose.

Obs. 1 - O tempo de titulação não deve ultrapassar 3 minutos.

### c) Solução-padrão de glicose

- 12- Pesar, em um béquer de 100 ml, exatamente 1,0000 g de glicose PA, previamente seca em estufa a vácuo (70°C e 100 mmHg);
- 13- Transferir para um balão volumétrico de 100 ml, com auxílio de diversas lavagens com água destilada.
- 14- Completar o volume do balão, agitar e inverter diversas vezes.
- 15- Proceder de acordo com os itens 8, 9, 10.

## IV- Cálculos

- 1) Peso da Amostra  
Aplicar a fórmula:

$$P = PBa - PB$$

Onde:

- P** = Peso da amostra (g);  
**PBa** = Peso do béquer + amostra (g);  
**PB** = Peso do béquer (g).

- 2) Título da Solução de Fehling  
Aplicar a fórmula:

$$a = \frac{V1}{100}$$

Onde:

**V1** = Volume de solução-padrão de glicose titulada (ml).

- 3) % de Glicídios Redutores em Glicose  
Aplicar a fórmula:

$$\% \text{ G.R.G} = (A \times a \times 100) / (P \times V)$$

Onde:

**G.R.G.** = Glicídios redutores em glicose;  
**A** = ml da solução de amostra;  
**a** = Título da solução de Fehling;  
**P** = peso da amostra em gramas;  
**V** = Volume, em ml, do filtrado gasto na titulação.

- 4) % de Glicídios Redutores em Lactose  
Aplicar a fórmula:

$$\% \text{ G.R.L.} = \% \text{ G.R.G.} \times 1,35$$

Onde:

**% G.R.L.** = % Glicídios Redutores em Lactose.

- 5) Precisão

Geralmente, em um trabalho analítico, as determinações são realizadas em duplicatas, tornando-se necessário examinar a precisão dos resultados obtidos. A precisão está relacionada com a concordância das medidas entre si, ou seja, quanto maior a dispersão dos valores, menor a precisão. Nas análises realizadas, neste estudo, adotaremos os seguintes procedimentos:

- 5.1- Média aritmética das medidas  
Aplicar fórmula:

$$UM = \frac{(U1 - U2)}{2}$$

Onde:

UM = Umidade média  
U1 = Umidade da amostra 1  
U2 = Umidade da amostra 2  
2 = Número de amostras

5.2- Erro aparente  
Aplicar a fórmula:

$$EA1 = |U1 - UM|$$

$$EA2 = |U2 - UM|$$

Onde:

EA = Erro aparente das medidas das amostras com relação a média.

5.3- Desvio relativo a média  
Aplicar as fórmulas:

$$DR1 = \frac{EA1 \cdot 100}{UM}$$

$$DR2 = \frac{EA2 \cdot 100}{UM}$$

Onde:

DR = Desvio relativo a média

**Obs. 1:** Nas condições das análises sugerimos, para estabelecer um índice de precisão, um desvio relativo em relação a média de até 3%.

#### 6) Exatidão

A exatidão de uma medida está relacionada com o seu erro absoluto relativo a média, isto é, com a proximidade do valor medido em relação ao valor verdadeiro da grandeza. O erro absoluto relativo para a análise da umidade é calculado através da equação:

$$EA = \frac{(UM - UT)}{UT} \times 100$$

Onde:

EA = Erro Absoluto relativo a média determinada

UT = Umidade teórica estimada na amostra.

**Obs. 2:** Nas condições das análises sugerimos, para estabelecer um índice de exatidão, um erro absoluto relativo a média de até  $\pm 10\%$ .

**Obs. 3:** As determinações sugeridas, sobre a média dos resultados, são exemplos, porém, o mesmo tratamento, com relação as medidas, poderia ser aplicado em todos os dados experimentais.

# AULA PRÁTICA 13

## Determinação de Glicídios não Redutores em Sacarose

### I- Princípio

Método baseado na reação de redução pela glicose (açúcar redutor) do Sulfato de Cobre em meio alcalino (Solução de Fehling), formando um precipitado Vermelho de Óxido Cúprico. Após a Hidrólise ácida dos Disacarídeos não Redutores.

### II- Objetivo

Determinar o teor de Glicídios não Redutores expresso em Sacarose, em uma amostra de Produto Lácteo.

### III- Material

- Béquer de 100 ml (2);
- Pipeta volumétrica de 1 ml;
- Pipeta volumétrica de 2 ml;
- Pipeta volumétrica de 20 ml;
- Funil;
- Béquer de 200 ml;
- Erlenmeyer de 125 ml;
- Proveta de 50 ml;
- Pipeta volumétrica de 10 ml (2);
- Balão volumétrico de 100 ml (2).

### Reagentes

- Solução de acetato neutro de chumbo, saturada;
- Sulfato de sódio seco em estufa;
- Solução de Fehling A e B;
- Balança analítica;
- Espátula de pesagem;
- Banho-maria;
- Pisseta de água destilada fervida;
- Filtro Whatman 04 e 01.

### IV- Procedimento Experimental

#### a) Preparo da Amostra

- 1 - Pesar 5 g da amostra em um béquer de 100 ml;
- 2 - Adicionar 50 ml de água destilada fervida e aquecer em banho-maria por 5 minutos. Esfriar.
- 3 - Clarificar a amostra com 1,5 ml de Solução de Acetato Neutro de Chumbo Saturada (Retirada dos Compostos Nitrogenados);
- 4 - Transferir a mistura para um balão volumétrico de 100 ml, lavando o béquer diversas vezes com água destilada. Completar o volume até o menisco;
- 5 - Filtrar o conteúdo do balão com filtro de papel seco Whatman 04, recebendo o filtrado em um béquer de 200 ml;
- 6 - Precipitar o excesso de Chumbo, adicionando ao filtrado Sulfato de Sódio seco até turvar o filtrado;
- 7 - Filtrar em filtro Whatman 01, recebendo o filtrado em erlenmeyer de 250 ml;
- 8 - Transferir, com o auxílio de Pipeta, 50 ml da Solução do filtrado, obtido no item 7, para um balão volumétrico de 100 ml;
- 9 - Acidular fortemente a solução com 5 ml de Ácido Clorídrico concentrado;
- 10- Aquecer o balão em banho-maria a 68 a 70°C por cerca de 5 minutos.
- 11- Resfriar o balão imediatamente e neutralizar com solução de NaOH 40 %, utilizando papel indicador Tornassol Azul ou Vermelho Congo.
- 12- Após a neutralização, completar o volume com água destilada, e determinar os Glicídios pelo método de Lane-Aynon.

## b) Método de Lane-Aynon

- 13- Pipetar 10 ml de cada uma das soluções de Fehling A e B em um erlenmeyer de 125 ml e adicionar 40 ml de água destilada fervida.
- 14- Aquecer a mistura de Fehling até a ebulição;
- 15- Transferir o filtrado para uma bureta de 25 ml, adicionando gota a gota sobre a mistura de Fehling em ebulição, até que esta mude de cor para Azul Escuro, adicionar 2 gotas de Azul de Metileno a 1 % e continuar o gotejamento do filtrado até a completa descoloração do indicador (de azul escuro para incolor, com formação de precipitado Vermelho de óxido Cuproso). A velocidade do filtrado deve ser de 1 ml a cada 15 segundos;
- 16- Anotar o volume (ml) de filtrado consumido e calcular a porcentagem de Açúcares.

## IV- Cálculos

- 1) Peso da Amostra  
Aplicar a fórmula:

$$P = PBa - PB$$

Onde:

- P** = Peso da amostra (g);  
**PBa** = Peso do béquer + amostra (g);  
**PB** = Peso do béquer (g).

- 2) Título da Solução de Fehling  
Calculado na aula anterior

- 3) % de Glicídios Redutores em Glicose Invertida  
Aplicar a fórmula:

$$GRGI = (A \times a \times 100 \times 2) / (P \times V)$$

Onde:

**GRGI** = % de Glicídios Redutores em Glicose Invertida;

**A** = ml da solução de amostra;

**a** = Título da solução de Fehling;

**P** = peso da amostra em gramas;

**V** = Volume em ml do filtrado gasto no titulação.

- 4) % Glicídios não Redutores em Sacarose  
Aplicar a fórmula:

$$GNRS = (GRGI - GRG) \times 0,95$$

Onde:

**GNRS** = % de Glicídios não Redutores em Sacarose;

**GRGI** = % Glicídios Redutores em glicose provenientes da quebra da Sacarose;

**GRG** = % Glicídios Redutores determinada na análise anterior.

- 5) Precisão

Geralmente, em um trabalho analítico, as determinações são realizadas em duplicatas, tornando-se necessário examinar a precisão dos resultados obtidos. A precisão está relacionada com a concordância das medidas entre si, ou seja, quanto maior a dispersão dos valores, menor a precisão. Nas análises realizadas, neste estudo, adotaremos os seguintes procedimentos:

- 5.1- Média aritmética das medidas

Aplicar fórmula:

$$UM = \frac{(U1 - U2)}{2}$$

Onde:

UM = Umidade média

U1 = Umidade da amostra 1

U2 = Umidade da amostra 2

2 = Número de amostras

### 5.2- Erro aparente

Aplicar a fórmula:

$$EA1 = | U1 - UM |$$

$$EA2 = | U2 - UM |$$

Onde:

EA = Erro aparente das medidas das amostras com relação a média.

### 5.3- Desvio relativo a média

Aplicar as fórmulas:

$$DR1 = \frac{EA1 \cdot 100}{UM}$$

$$DR2 = \frac{EA2 \cdot 100}{UM}$$

Onde:

DR = Desvio relativo a média

**Obs. 1:** Nas condições das análises sugerimos, para estabelecer um índice de precisão, um desvio relativo em relação a média de até 3%.

### 6) Exatidão

A exatidão de uma medida está relacionada com o seu erro absoluto relativo a média, isto é, com a proximidade do valor medido em relação ao valor verdadeiro da grandeza. O erro absoluto relativo para a análise da umidade é calculado através da equação:

$$EA = \frac{(UM - UT)}{UT} \times 100$$

Onde:

EA = Erro Absoluto relativo a média determinada

UT = Umidade teórica estimada na amostra.

**Obs. 2:** Nas condições das análises sugerimos, para estabelecer um índice de exatidão, um erro absoluto relativo a média de até  $\pm 10\%$ .

**Obs. 3:** As determinações sugeridas, sobre a média dos resultados, são exemplos, porém, o mesmo tratamento, com relação as medidas, poderia ser aplicado em todos os dados experimentais.



# AULA PRÁTICA 14

## Determinação de Amido

### a) Teste Qualitativo

#### I- Princípio

Baseia-se na reação do amido com o iodo dando um composto de absorção de coloração azul.

#### II- Material

- Béquer de 150 ml;
- Placa aquecedora ou bico de Bunsen.

#### Reagentes

- Solução de lugol ou iodo.

#### III- Procedimento Experimental

- 1- Em um béquer de 150 ml, colocar cerca de 5 g de amostra;
- 2- Adicionar água destilada (cerca de 20 ml);
- 3- Aquecer em placa aquecedora ou bico de Bunsen até fervura e deixar por 5 minutos;
- 4- Esfriar;
- 5- Adicionar gotas de solução de lugol ou iodo. Em presença de amido, desenvolve-se coloração azul.

### b) Determinação Quantitativa

#### I- Princípio

O amido é um polissacarídeo de elevado peso molecular que não apresenta reação redutora. Uma hidrólise enérgica em meio fortemente

ácido produz exclusivamente glicose que é determinada pelo método de Lane-Eynon.

#### II- Preparo da Amostra

##### II.a) Material

- Balança analítica;
- Béquer ou Erlenmeyer de 250 ml;
- Funil;
- Banho-maria ou autoclave;
- Papel de filtro de porosidade média;
- Balão volumétrico de 250 ml;
- Pipetas graduadas de 1 e 10 ml.

##### Reagentes

- Ácido clorídrico concentrado;
- Solução de hidróxido de sódio a 10 %;
- Solução de ferrocianeto de potássio a 15 %;
- Solução de acetato ou sulfato de zinco a 30 %.

##### II.b) Procedimento

- 1 - Pesar 10 g de amostra, homogeneizar, adicionar 75 ml de água destilada e misturar;
- 2 - Adicionar 10 ml de ácido clorídrico concentrado;
- 3 - Deixar em banho-maria fervente, cobrindo o frasco com vidro de relógio ou em refluxo, por 2 horas no mínimo, ou em autoclave a 120°C por 20 minutos;
- 4 - Esfriar;
- 5 - Transferir para balão volumétrico de 250 ml, lavando bem o béquer ou Erlenmeyer em que foi feita a hidrólise;

- 6 - Neutralizar com hidróxido de sódio a 40 %, usando papel de tornassol como indicador;
- 7 - Adicionar 2 ml de ferrocianeto de potássio a 15 % ou 2 ml de acetato ou sulfato de zinco a 30 %;
- 8 - Agitar. Completar o volume a 250 ml com água destilada e inverter;
- 9 - Filtrar em papel de filtro seco para um erlenmeyer seco;
- 10- Determinar a glicose pelo método de Lane-Eynon.

## V- Cálculos

- 1) Peso da Amostra

Aplicar a fórmula:

$$P = PBa - PB$$

Onde:

**P** = Peso da amostra (g);

**PBa** = Peso do béquer + amostra (g);

**PB** = Peso do béquer (g).

- 2) Título da Solução de Fehling  
Calculado na aula anterior

- 3) % Açúcares Totais em glicose

Aplicar a fórmula:

$$AT = \frac{250 \times 100 \times T}{V \times P}$$

Onde:

**AT** = % de açúcares totais;

**T** = Título da solução de Fehling.

**Obs.:** Quando a amostra só contém amido, multiplicar o resultado por 0,90 que é o fator de transformação de glicose em amido.

- 4) Amostra com Sacarose

Aplicar a fórmula:

$$\% \text{ amido} = (AT - \text{sacarose}) \times 0,90$$

- 5) Amostra com Sacarose e Glicose

Aplicar a fórmula:

$$\% \text{ amido} = [AT - (\text{sacarose} - \text{glicose})] \times 0,90$$

- 6) Precisão

Geralmente, em um trabalho analítico, as determinações são realizadas em duplicatas, tornando-se necessário examinar a precisão dos resultados obtidos. A precisão está relacionada com a concordância das medidas entre si, ou seja, quanto maior a dispersão dos valores, menor a precisão. Nas análises realizadas, neste estudo, adotaremos os seguintes procedimentos:

- 6.1- Média aritmética das medidas

Aplicar fórmula:

$$UM = \frac{(U1 - U2)}{2}$$

Onde:

**UM** = Umidade média

**U1** = Umidade da amostra 1

**U2** = Umidade da amostra 2

**2** = Número de amostras

- 6.2- Erro aparente

Aplicar a fórmula:

$$EA1 = |U1 - UM|$$

$$EA2 = |U2 - UM|$$

Onde:

EA = Erro aparente das medidas das amostras com relação a média.

### 6.3- Desvio relativo a média

Aplicar as fórmulas:

$$DR1 = \frac{EA1 * 100}{UM}$$

$$DR2 = \frac{EA2 * 100}{UM}$$

Onde:

DR = Desvio relativo a média

**Obs. 1:** Nas condições das análises sugerimos, para estabelecer um índice de precisão, um desvio relativo em relação a média de até 3%.

### 7) Exatidão

A exatidão de uma medida está relacionada com o seu erro absoluto relativo a média, isto é, com aproximação do valor medido em relação ao valor verdadeiro da grandeza. O erro absoluto relativo para a análise da umidade é calculado através da equação:

$$EA = \frac{(UM - UT)}{UT} \times 100$$

Onde:

EA = Erro Absoluto relativo a média determinada

UT = Umidade teórica estimada na amostra.

**Obs. 2:** Nas condições das análises sugerimos, para estabelecer um índice de exatidão, um erro absoluto relativo a média de até  $\pm 10\%$ .

**Obs. 3:** As determinações sugeridas, sobre a média dos resultados, são exemplos, porém, o mesmo tratamento, com relação as medidas, poderia ser aplicado em todos os dados experimentais.

## BIBLIOGRAFIA

1. ASCAR, José Miguel. **Alimentos: Aspectos bromatológicos e legais**. São Leopoldo, RS, UNISINOS Editora, 1985.
2. BOBBIO, Paulo A. & BOBBIO, Florinda O. **Introdução à Química de Alimentos**. São Paulo, SP, Livraria Varela, 1989.
3. Brasil. Ministério da Agricultura, Secretaria Nacional de Defesa Agropecuária, Laboratório Nacional de Referência Animal - **Métodos Analíticos Oficiais para Controle de Produtos de Origem Animal e seus Ingredientes**, Métodos Físicos e Químicos. Brasília, DF, 1981.
4. Pearson - [Técnicas de laboratório para el análisis de alimentos] **Laboratory techniques in food analysis**. Zaragoza, Espanha, Editorial Acribia S.A, 1986. (inglês)
5. EWING, Galen Wood - [Métodos instrumentais de análise química] **Instrumental methods of chemical analysis**. São Paulo, SP, Editora Edgard Blucher Ltda, 1972. (inglês)
6. L. HART & H. J. FISHER - [Análisis Moderno de los Alimentos] **Modern Food Analysis**. Zaragoza, Espanha, Editorial Acribia, 1984. (Inglês)
7. HAWTHORN, John - [Fundamentos de Ciência de los Alimentos] **Foundations of Food Science**. Zaragoza, Espanha, Editorial Acribia, 1983. (Inglês)
8. LASZLO, Herta & BASSO, Lídia Maria & COELHO, Claudia Maria de L. - **Química de Alimentos**. São Paulo, SP, Livraria Nobel S.A., 1986.
9. MAIER, Hans Gerhard - [Métodos Modernos de Análisis de Alimentos] **Lebensmittelanalytik**. Zaragoza, Espanha, Editorial Acribia, 1974. (Alemão)
10. REY, Luís - **Como Redigir Trabalhos Científicos**. São Paulo, SP, Editora Edgard Blücher Ltda, 1972.
11. SILVA, Diceu Forge - **Análise de Alimentos**. Viçosa, MG, Editora UFV (Universidade Federal de Viçosa), 1998.

## Sobre o autor

Graduado em Engenharia de Alimentos pela Faculdade de Engenharia de Alimentos e Agrícola da UNICAMP em 1979, onde iniciou sua carreira lecionando no Colégio Técnico da UNICAMP, no antigo Colégio Técnico Industrial de Sorocaba, na Faculdade de Engenharia de Produção da UNIMEP e no Curso Objetivo. Atualmente é professor da ETE Rubens de Faria e Souza do CEETEPS, desenvolvendo trabalhos na área de Alimentos; atua na iniciativa privada elaborando projetos de engenharia e consultoria para empresas alimentícias.

