



LZT 0580/5862
Análise e composição de alimentos

Processamento de amostras Métodos de determinação de matéria seca e cinzas

Prof. Carla Bittar
Depto. de Zootecnia



Matéria Seca (MS)

- Fração do alimento que não é água
- Água associada de duas maneiras com o alimento
 - Água livre: não participa da estrutura das moléculas do alimento
 - Água de composição: parte integrante de algumas moléculas

Por que determinar MS?



- Água é peso
 - é paga quando se compra ingredientes
 - deve ser transportada
- Armazenamento
- Umidade funciona como um diluente do conteúdo em nutrientes
- Teor de MS adequado otimiza consumo e desempenho

Fatores que afetam a determinação



- Faixa de conteúdo de umidade
- Amostragem dos alimentos
- Transporte e armazenamento de amostras
- Preparação da amostra no laboratório
- Vício e variabilidade associada com o método utilizado

Sistemas de determinação rápida



- Microondas
- Sistema Koster
- Equipamentos eletrônicos



Microondas

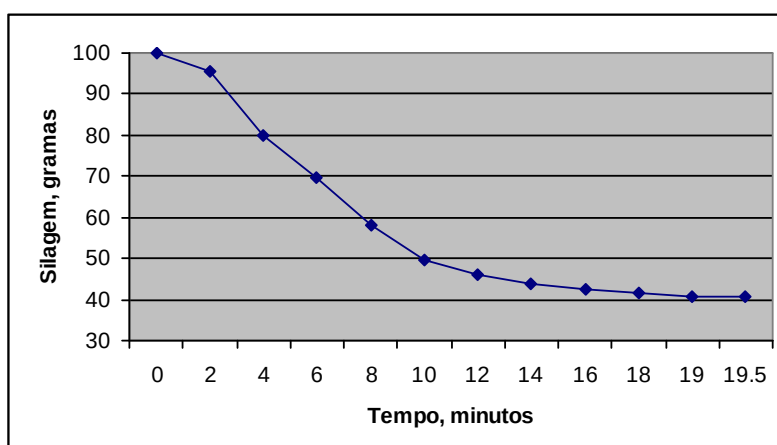


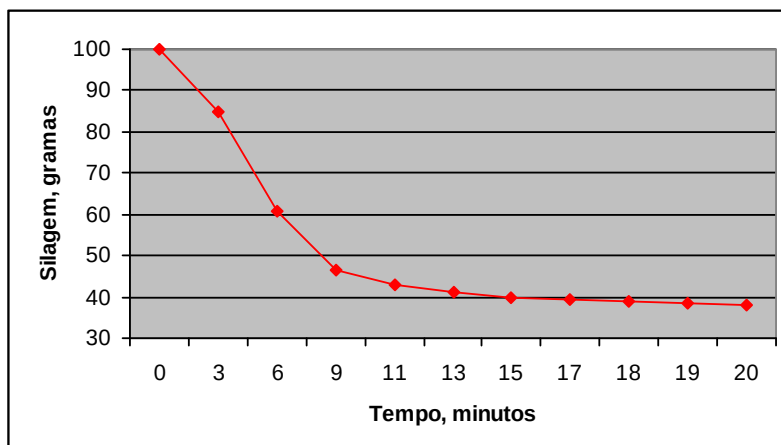
- Prático, mas de baixa precisão
 - pesar amostra úmida
 - colocar copo de água dentro do microondas
 - aquecer por vários períodos de 2-3' até obter peso constante

Exemplo de cálculo de MS microondas



Cana	Peso Bandeja	Bandeja + Amostra	Peso da amostra
Início	50 g	150 g	100 g
3'		121 g	71 g
6'		100 g	50 g
9'		91 g	41 g
12'		85 g	35 g
15'		80 g	30 g
18'		80 g	30 g





Analísadores Eletrônicos de Umidade



- Prático, mas menos acurado que laboratório
- Usados para controle de secagem e para comercialização
- Modelos portáteis



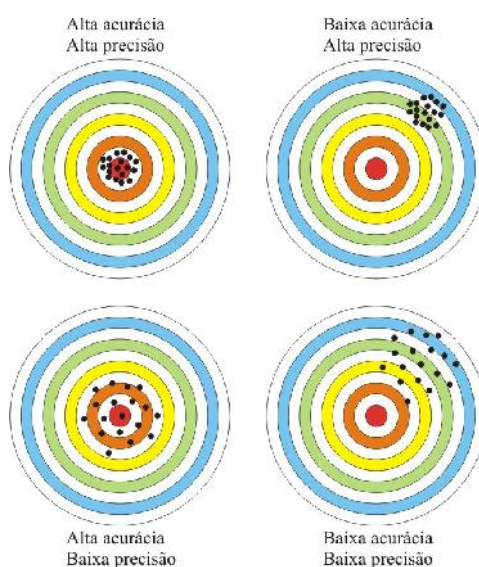
Analísadores Eletrônicos de Umidade



Princípio de funcionamento: Condutância

- Dependem de padrão pré-determinado de fábrica para cada tipo de grão a ser analisado.
- Especificidade
 - Grãos que tenha calibração
 - Determinada faixa de umidade

Métodos podem ter repetibilidade diferente



Repetibilidade de medidas de métodos de determinação de MS (10 repetições/alimento)



		Método (% MS)			
Alimento	Estatística	Estufa ¹	Microondas ²	Koster	Eletrônico
Silagem de alfafa	Média, % MS	54,0	56,8	56,3	54,9
	Intervalo	53,3 - 54,5	55,9 - 57,4	54,0 - 57,5	53,0 - 57,0
	CV, %	0,6	0,8	1,7	2,4
Silagem de milho	Média, % MS	33,8	34,1	37,7	32,1
	Intervalo	31,2 - 35,5	33,3 - 35,8	35,5 - 39,0	30,0 - 33,0
	CV, %	3,4	2,4	3,0	2,8
Milho alta umidade	Média, % MS	73,7	74,9	77,5	72,7
	Intervalo	73,2 - 74,0	74,3 - 75,7	75,5 - 79,5	71,6 - 74,0
	CV, %	0,3	0,6	1,3	1,1
Todos os alimentos	CV médio, %	1,4	1,3	2,0	2,1

Oetzel et al., 1993

Comparação de quatro métodos de determinação de MS de 5 amostras de diferentes alimentos



		Método (% MS)			
Silagem de alfafa		Estufa	Microondas	Koster	Eletrônico
1		54,2	56,9	56,8	55,0
2		35,9	39,0	37,8	43,5
3		50,2	53,9	53,5	51,0
4		36,7	39,1	38,5	41,0
5		49,7	52,1	52,8	52,0
Média MS, %		45,3a	48,2b	47,9b	48,5b

Oetzel et al., 1993



Comparação de quatro métodos de determinação de MS de 5 amostras de diferentes alimentos

	Método (% MS)			
Silagem de milho	Estufa	Microondas	Koster	Eletrônico
1	33,5	34,8	37,3	31,5
2	36,9	39,3	39,8	29,8
3	34,9	36,7	35,8	27,0
4	35,5	38,0	38,0	23,5
5	30,2	31,3	36,3	25,6
Média MS, %	34,2a	36,0ab	37,4b	27,5c

Oetzel et al., 1993



Comparação de quatro métodos de determinação de MS de 5 amostras de diferentes alimentos

	Método (% MS)			
Milho alta umidade	Estufa	Microondas	Koster	Eletrônico
1	73,9	74,5	78,0	73,3
2	7,9	74,8	79,5	71,9
3	70,7	73,7	79,0	71,4
4	70,8	72,2	77,8	67,9
5	71,0	72,5	80,5	71,1
Média MS, %	72,0a	73,5b	79,0c	71,1a

Oetzel et al., 1993

Métodos analíticos



- Secagem em estufa (rotina)
 - “Perda na secagem” ou “secagem em estufa”
 - Resultados dependem de tempo e temperatura
- Perda de compostos voláteis
- Reações químicas indesejáveis
- Secagem em estufa: fácil, rápido e barato

Determinação em estufa



- Aquecimento da amostra
- Altas T° C ⇒ Alterações e perda de nutrientes
- Secagem em 2 etapas

Primeira MS



- Somente amostras com menos que 80% MS
- Pré-secagem
 - Secagem por 48 horas
 - Estufa com ventilação forçada a 50-65o C
 - Contém de 1 a 8% de água residual na amostra

Processamento da amostra



- Redução do tamanho de partícula da amostra não moída
 - Grande fonte de erro
 - Conversão do amostra de campo
 - material homogêneo e adequado para análise
- Redução prévia com tesoura ou moinho para forragem



Moagem



- Amostra laboratorial → amostra analítica
- Peneira com crivo correto

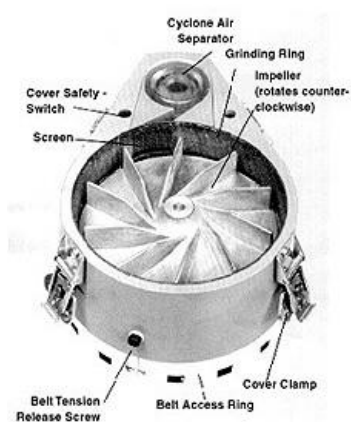
Moinho de faca - Willey



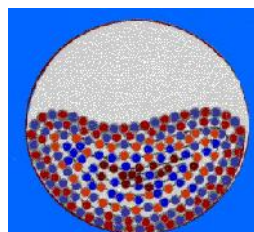
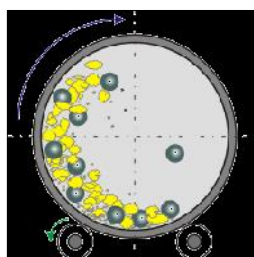
Moinha de faca



Moinho ciclone



Moinho de bola



Processamento da amostra



Cuidados:

- Manter equipamentos limpos: contaminação
- Não aquecer amostra
 - Moagem 4-6 mm
 - Moagem 1 mm amostra analítica
- Moinhos devem ser amolados periodicamente
- Recolher toda a amostra após a moagem
- Armazenar adequadamente

Moagem



Segunda MS



- Secagem definitiva:
 - Alíquota da amostra resultante da primeira MS
 - Secagem por 4 horas (ou até peso constante)
 - Estufa à 105º C
- Não apresenta água residual:

100% de Matéria Seca

Segunda MS - AOAC



Outros métodos de determinação

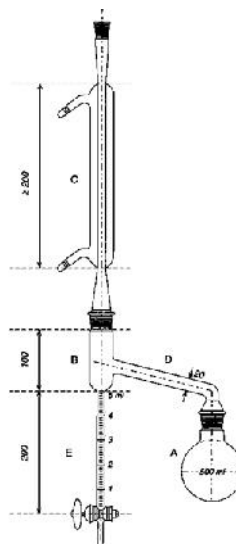


- Natureza da amostra
- Azeotrópico : tolueno
- Liofilização
- NIR (Windham et al. 1991)
- Karl Fischer

Método azeotrópico (extração em tolueno)



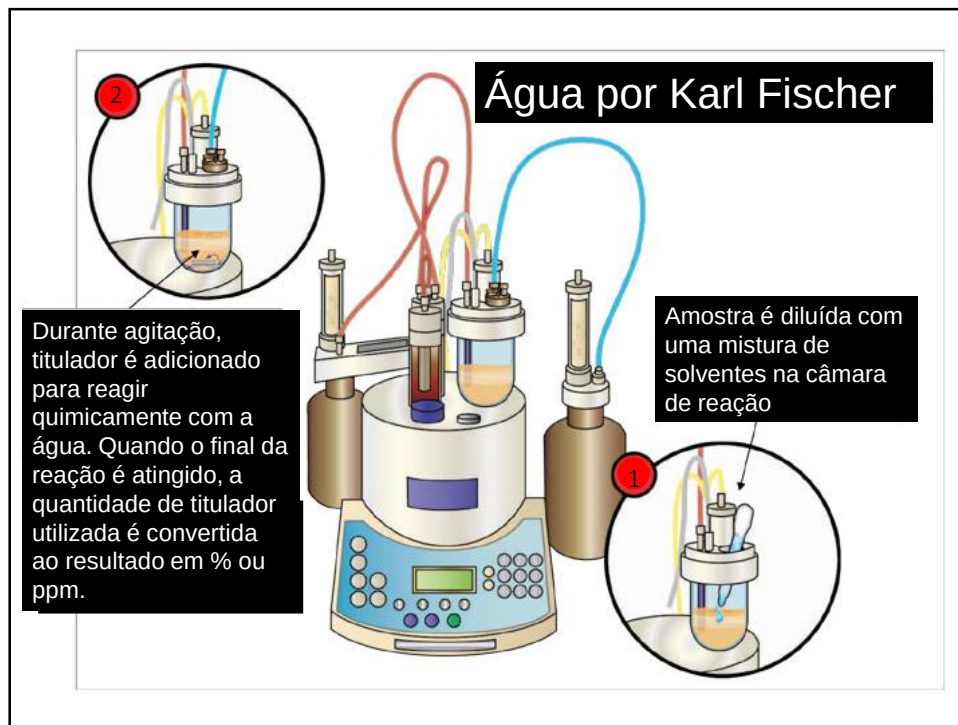
- 25 g de amostra
- Tolueno
- Aquecimento por 1 h
 - 2 bolhas/seg
 - 4 bolhas/seg



Karl Fischer



- AOAC
- Extração em metanol-formamida (1:1)
- Tubo do tipo Karl Fischer
- Homogeneização em alta velocidade
- Água é destilada em reagente baseado em imidazole.



Liofilização

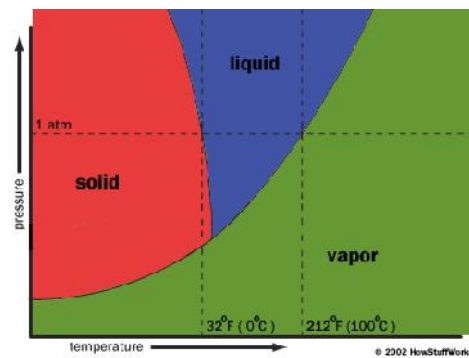


- Remove a água e outros solventes do produto congelado pelo processo de sublimação
- Sublimação: a água no estado sólido é convertida diretamente em vapor de água

Liofilização



Ocorre quando a temperatura e a pressão parcial do vapor da água forem inferiores às do ponto triplo da água (0,06 atm à temperatura de 0,01 °C, para a água pura)



Fontes de erro



- Representatividade da amostra laboratorial
- Armazenamento da amostra laboratorial e analítica
- Técnicas de moagem
 - Exposição ao ar; Geração de calor; Contaminação; Tamanho de partícula; Necessidade de secagem em 2 estágios
- Erros de pesagem
- Tamanho da amostra
- Umidade do ambiente
- Perda de compostos que não água e interferências

Fontes de erro: secagem em estufa



- Tempo e temperatura de secagem
- Condições da estufa
 - Estabilidade da temperatura
 - Uniformidade do aquecimento
 - Ventilação
 - Acurácia do termômetro
- Dessecador

Problemas na determinação



Perda de voláteis na secagem

- Preocupação com as forragens ensiladas
- Determinação em temperaturas mais baixas (55° C) reduz as perdas de voláteis
 - 65o C: subestima MS em até 10%
- Determinação de proteína bruta e nitrogênio amoniacal na amostra úmida



Determinação de matéria mineral

Matéria mineral: cinzas



- Resíduo após aquecimento a 600°C / 4h
- Determinação de MO
- Cálculo de ENN
- Indicação do conteúdo da amostra em minerais
 - grande variação

Forno mufla



Combustão da amostra



- Preparo de solução mineral:
 - Via seca: solubilização em HCl
 - Via úmida: HNO_3 , HClO_4
 - Espectrometria de absorção atômica

Determinação de minerais



- Espectrofotometria de absorção atômica

