

# **COMPOSIÇÃO CENTESIMAL DETERMINAÇÃO DE CINZAS**

## **CINZA TOTAL**

- **Resíduo inorgânico remanescente da incineração completa de matéria orgânica com formação de  $\text{CO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{O}$  e  $\text{NO}_2$**
- **cinza de um material é o ponto de partida para a análise de minerais específicos.**
- **Estes minerais são analisados tanto para fins nutricionais como também para segurança.**
- **Como exemplo pode-se citar os resíduos metálicos provenientes de inseticidas e outros agrotóxicos e também o estanho proveniente de corrosão de latas, etc.**

# **COMPOSIÇÃO CENTESIMAL DETERMINAÇÃO DE CINZAS**

## **CINZA TOTAL**

### **IMPORTÂNCIA**

- **Avaliação nutricional**
- **Pureza e adulteração em alimentos**
- **Refinação do açúcar e farinha**

**Açúcar: cinza muito alta dificulta a cristalização e a clarificação**

**Farinha: a quantidade de cinza influencia na extração**

- **Indicativo da contaminação por insetos e outros resíduos**
- **Distribuição de minerais em plantas**

# **COMPOSIÇÃO CENTESIMAL DETERMINAÇÃO DE CINZAS**

- **COMPONENTES INDIVIDUAIS DA CINZA**

**Indispensáveis para o metabolismo (elementos da dieta)**

**Macronutrientes: requeridos em uma dieta em valores diários acima de 100 mg e normalmente presentes em grandes quantidades nos alimentos, como: K, Na, Ca, P, S, e Mg;**

**Micronutrientes: requeridos em uma dieta em valores diários abaixo de 100 mg e normalmente presentes em pequenas quantidades nos alimentos, como: Fe, Cu, Mn e Zn;**

- **COMPONENTES INDIVIDUAIS DA CINZA**

**Podem causar prejuízo à saúde. Ex. Pb, Hg**

- **CINZA SOLÚVEL E INSOLÚVEL EM ÁGUA**

**A cinza é determinada para estimar o conteúdo de frutas em geléias e conservas**

- **ALCALINIDADE DA CINZA ----> adulteração vegetal ou animal**

**Frutas e vegetais – cinza alcalina**

**Produtos cárneos – cinza ácida**

- **CINZA INSOLÚVEL EM ÁCIDO**

**adição de matéria mineral em alimentos como sujeira e areia em temperos**

# **COMPOSIÇÃO CENTESIMAL DETERMINAÇÃO DE CINZAS**

**A cinza obtida não é necessariamente da mesma composição que a matéria mineral presente originalmente no alimento, pois pode haver perda por volatilização ou alguma interação entre os constituintes da amostra.**

**Os elementos minerais se apresentam na cinza sob a forma de**  
**óxidos,**  
**sulfatos,**  
**fosfatos,**  
**Silicatos,**  
**cloretos,**  
**dependendo das condições de incineração e da composição do alimento.**

# COMPOSIÇÃO CENTESIMAL DETERMINAÇÃO DE CINZAS

## CINZAS TOTAIS EM ALGUNS ALIMENTOS

ALIMENTO	TEOR (%)
Óleos e gorduras	0 – 4
Leite e derivados	0,5 – 5,1
Açúcares e xaropes	0 – 1,2
Frutas frescas	0,3 – 2,1
Vegetais frescos	0,4 – 2,1
Leguminosas	2,2 – 4,0
Farinhas	0,3 – 1,4
Pão	1,7 – 2,6
Amido	0,3
Gérmen de trigo	4,3
<b>Cereais</b>	<b>0,3 – 3,3</b>
Nozes	0,8 – 3,4
Carnes e produtos cárneos	0,5 – 6,7
<b>Peixes e produtos marinhos</b>	<b>1,2 – 3,9</b>
Aves	1,0 – 1,2

# COMPOSIÇÃO CENTESIMAL DETERMINAÇÃO DE CINZAS

## MINERAIS ENCONTRADOS EM ALTA QUANTIDADE

<b>ELEMENTO</b>	<b>ALIMENTO</b>
<b>Cálcio</b>	<b>Produtos lácteos, cereais, nozes, alguns peixes e certos vegetais</b>
<b>Fósforo</b>	<b>Produtos lácteos, grãos, nozes, carnes, peixes, aves, ovos e legumes</b>
<b>Sódio</b>	<b>Sal</b>
<b>Sódio (*)</b>	<b>produtos lácteos, frutas, cereais, nozes, carnes, peixes, aves, ovos e vegetais</b>
<b>Magnésio</b>	<b>Nozes, cereais e legumes</b>
<b>Manganês</b>	<b>Cereais, vegetais, algumas frutas e carnes</b>
<b>Cobre</b>	<b>Frutos do mar, cereais e vegetais</b>
<b>Enxofre</b>	<b>Alimentos ricos em proteínas e alguns vegetais</b>
<b>Cobalto</b>	<b>Vegetais e frutas</b>
<b>Zinco</b>	<b>Frutos do mar</b>

(\*) em quantidade média

# **COMPOSIÇÃO CENTESIMAL DETERMINAÇÃO DE CINZA SECA**

## **Fontes de erro**

- **Absorção de umidade durante a pesagem**
- **Incineração incompleta**
- **Temperatura muito alta: perda por volatilização**
- **Contaminação da amostra durante o preparo**

## **Quantidade de amostra**

- **Cereais, queijo, leite: 3 a 5 g**
- **Açúcar e derivados, carne, verduras: 5 a 10 g**
- **Sucos, frutas frescas: 25 g**
- **Vinhos: 50 mL**

# **COMPOSIÇÃO CENTESIMAL**

## **DETERMINAÇÃO DE CINZA SECA**

### **Preparo de amostra**

- **Líquidos: pré-secagem em banho-maria**  
**Utilização de amostra obtida da determinação de umidade**
- **Alto teor de voláteis: aquecimento lento**
- **Alto teor de gordura: pré-incineração para evitar respingos, excesso de chama e perdas por arraste. Pode-se utilizar amostra seca e desengordurada**
- **Alto teor de carboidratos: formação de espuma.**  
**Pré-secagem seguida de adição de óleo vegetal sem mineral**

# **COMPOSIÇÃO CENTESIMAL DETERMINAÇÃO DE CINZA SECA**

## **TEMPERATURA**

**Promoção da volatilização do carbono**

**Temperatura excessivamente alta:**

**Perda de voláteis: cloretos ou óxidos de metais alcalinos  
Fusão e retenção de carbono que seria volatilizado**

**Frutas, carnes, verduras, açúcar e derivados: até 525 °C**

**Derivados de cereais e leite: até 550 °C**

**Peixes, vinhos, condimentos: até 550 °C**

**Manteiga: até 500 °C**

**Grãos: até 600 °C**

# **COMPOSIÇÃO CENTESIMAL DETERMINAÇÃO DE CINZA SECA**

## **Tipos de cadinho**

### **1. Quartzo**

**resistente à soluções ácidas e neutras  
não resistente ao ácido fosfórico  
não resistente à soluções alcalinas**

### **2. Vycor**

**vidro especial  
superior aos quartzo e a porcelana  
resistente a temperatura de até 900 °C  
resistente a ácidos  
não resistente a álcalis**

# **COMPOSIÇÃO CENTESIMAL**

## **DETERMINAÇÃO DE CINZA SECA**

### **3. Porcelana**

**resistência a temperatura de até 1200 °C**  
**pode ser limpo com HCl diluído**  
**manutenção de peso constante**  
**baixo custo**  
**não resistente a álcalis**

### **4. Aço**

**uso para amostras grandes**  
**baixo custo**  
**resistente a álcalis**  
**pode ser limpo com areia ou esponja de aço**

# **COMPOSIÇÃO CENTESIMAL DETERMINAÇÃO DE CINZA SECA**

## **5. Platina**

**alto custo**

**resistência a temperatura de até 1773 °C**

**quimicamente inerte**

**corrosão com materiais que possuam óxidos de Fe, Pb.**

**limpo por fervura em água ou ácidos**

## **6. Liga ouro-platina (90:10)**

**alto custo**

**resistente até 1100 °C**

**resistente ao ácido fosfórico e a fusão alcalina**

# **COMPOSIÇÃO CENTESIMAL DETERMINAÇÃO DE CINZA SECA**

## **Tempo de incineração**

**Varia com o produto**

**Obtenção de material branco ou cinza claro**

**Obtenção de peso constante**

## **Pesagem da cinza**

**Cinza é leve, pode voar facilmente**

**Proteção com vidro de relógio**



# DETERMINAÇÃO DE CINZA SECA

## Aplicações

- **Determinação de cinza total**
- **Determinação de cinza solúvel em água**
- **Determinação de cinza insolúvel em ácido**
- **Simple e útil para análise de rotina**

## Limitações:

- **Análise demorada (uso de agentes aceleradores)**
- **Reação entre os metais e componentes da amostra**
- **Reação entre componentes da amostra e o material do cadinho**

# **DETERMINAÇÃO DE CINZA ÚMIDA**

**Utilizada para a determinação de elementos traço que podem ser perdidos na cinza seca**

## **Princípio**

**Digestão da matéria orgânica em meio ácido**

- **Ácido sulfúrico**  
oxidante fraco  
adição de sulfato de potássio aumenta o ponto de ebulição do ácido – digestão mais rápida
- **Ácido nítrico**  
oxidante mais forte  
pode causar a formação de óxidos insolúveis

# **DETERMINAÇÃO DE CINZA ÚMIDA**

- **Mistura de ácido sulfúrico e ácido nítrico**  
**Proporção depende do tipo de amostra**  
**Usada em vegetais**  
**Volatilização de minerais como arsênio, selênio, mercúrio**
- **Mistura de ácido sulfúrico e ácido perclórico**  
**Para produtos contendo proteínas, carboidratos e nenhuma gordura**
- **Mistura de ácido sulfúrico, ácido nítrico e ácido perclórico**  
**Requer controle exato de temperatura**  
**Reagente universal**  
**Volatilização de minerais como arsênio, selênio, mercúrio**

# **COMPOSIÇÃO CENTESIMAL DETERMINAÇÃO DE CINZA ÚMIDA**

## **Aplicações**

**Determinação da composição individual de cinza**  
**Emprego de baixas temperaturas**  
**Menor perda por volatilização**  
**Mais rápida**

## **Limitações**

**Reagentes muito corrosivos**  
**Não é prática como método de rotina**  
**Não serve para amostras grandes**  
**Necessidade de branco para os reagentes**

# **CINZA SOLÚVEL E INSOLÚVEL EM ÁGUA**

**A partir da cinza total**

**Adição de água**

**Fervura**

**Filtração em papel sem cinzas e lava com água quente**

**Carbonização do papel de filtro com o resíduo**

**Pesagem do resíduo**

**Resíduo**

**Pesagem – cinza insolúvel**

**Cinza solúvel = cinza total – cinza insolúvel**

# **CINZA SOLÚVEL E INSOLÚVEL EM ÁGUA**

## **Filtrado**

**Determinação da alcalinidade de cinzas solúveis em água**

**Titulação com HCl 0,1 M**

**Adição de alaranjado de metila como indicador**

**Viragem: cor alaranjada**

**Expressão do resultado**

**Número de mL de HCl 0,1 M necessário para neutralizar a cinza em 100 g de amostra.**

# ALCALINIDADE DA CINZA

## Obtenção a partir da cinza total

- **Cadinho com a cinza é adicionado de uma quantidade em excesso e medida de HCl 0,1 M (ou ácido sulfúrico)**
- **Adição de água quente e aquecimento em banho-maria**
- **Adição de indicador**
- **Titulação do excesso de ácido com NaOH 0,1 M**

## Expressão do resultado

- **Alcalinidade é calculada como o número de mL do ácido 0,1 M requerido para neutralizar a cinza em 100 g de amostra.**

# **CINZA INSOLÚVEL EM ÁCIDO**

**A partir das cinzas totais**

**Adição de HCl 10% ao cadinho com a cinza**

**Aquecimento por 5 minutos**

**Filtração com papel sem cinza**

**Lavagem com água quente**

**Incineração do resíduo e papel de filtro**

**Pesagem**

# **COMPOSIÇÃO CENTESIMAL DETERMINAÇÃO DE CINZA**

## **UTILIZAÇÃO DE PLASMA A BAIXA TEMPERATURA**

- **Sistema de vidro com câmaras individuais para amostras**
- **Sistema é evacuado com bomba de vácuo (1 torr)**
- **Um pequeno fluxo de oxigênio ou ar é introduzido, mantendo um vácuo específico**
- **O gerador de frequência é ativado a 14 MHz e voltagem de 50 – 200 watts para controlar a taxa de incineração**
- **A temperatura é da ordem de 150 °C**

# **COMPOSIÇÃO CENTESIMAL DETERMINAÇÃO DE CINZA PLASMA A BAIXA TEMPERATURA**

## **Preparo de amostra**

**Amostras são colocadas intactas ou moídas**

## **Vantagem**

**Não há perda de voláteis**

**Estruturas microscópicas e cristalinas preservadas**

## **Desvantagens**

**Alto custo**

**Pouca capacidade de amostra**

# **COMPOSIÇÃO CENTESIMAL DETERMINAÇÃO DE CINZA**

## **OBTENÇÃO POR MICROONDAS**

- **Digestores com programação de temperatura**
- **Menor tempo**
- **O sistema permite  
desidratar  
produzir cinzas  
evacuar o sistema**

**Ex. farinha: tempo de análise 10 a 20 minutos**