

COMPOSIÇÃO CENTESIMAL DETERMINAÇÃO DE CINZAS

CINZA TOTAL

- **Resíduo inorgânico remanescente da incineração completa de matéria orgânica com formação de CO_2 , H_2O e 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
Cereais	0,3 – 3,3
Nozes	0,8 – 3,4
Carnes e produtos cárneos	0,5 – 6,7
Peixes e produtos marinhos	1,2 – 3,9
Aves	1,0 – 1,2

COMPOSIÇÃO CENTESIMAL DETERMINAÇÃO DE CINZAS

MINERAIS ENCONTRADOS EM ALTA QUANTIDADE

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

(*) 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