

Aula Prática Nº1

Composição centesimal de matérias primas agroindustriais

1. Objetivos:

- Determinar a composição centesimal de matérias primas como frango, amendoim, carne e goiaba.
- Comparar a composição centesimal das diferentes matérias primas

2. Materiais e métodos:

2.1. Materiais

- Balança analítica
- Digestor+destilador micro Kjeldahl
- 01 moinho de facas ou liquidificador
- 01 Mufla
- 01 extrator soxhlet
- 01 estufa de circulação forçada
- 04 dessecadores com sílica gel
- 04 almofariz e pistilo
- 04 tábuas para picar
- 16 placas petri
- 02 peneiras 45 mesh
- 04 pinças metálicas
- 08 Becker de 500 mL
- 08 Becker de 100 mL
- 08 erlenmeyer de 250 mL
- 08 cadinhos de porcelana
- 04 balões para soxhlet de 250 mL
- 04 cartuchos para soxhlet
- 08 tubos de digestão para proteína
- 04 Pipetas de 5 mL
- 04 pipetas de 10 mL
- 04 Buretas de 10 mL
- 100 mL de H₂SO₄ concentrado
- 100 mL de HCl 0,1 M padronizado
- 50 g mistura catalizadora CuSO₄ + NaSO₄
- Indicador misto (vermelho de metila 0,1% + verde de bromocresol 0,1% (m/v));
- 500 mL de NaOH 50%
- 200 mL H₂BO₃ 4%
- Papel manteiga
- Algodão
- Luvas e espátulas (cada aluno deve trazer suas luvas e espátulas)

2.2. Metodologia

2.2.1. Determinação de umidade:

A determinação de umidade por secagem em estufa segue o seguinte procedimento:

- Moer ou cortar em pedaços pequenos a amostra para facilitar a remoção de água;
- Pesar a placa petri previamente seca e tarar o peso;
- Pesar uma quantidade definida de amostra (geralmente 5,0000 g (**m_{inicial}**)). Colocar a placa+amostra dentro do dessecador usando uma pinça. Depois transportar o dessecador e colocar a placa petri+amostra na estufa a temperatura constante (105 °C) até peso constante (~24 horas);
- Retirar a placa da estufa com uma pinça e colocar em um dessecador para esfriar (15 min);

- Pesar, depois de frio, o conjunto placa + amostra seca e descontar o peso da placa para obter a massa final (m_{final});
- Calcular o teor de umidade em base úmida e base seca.

$$\% \text{ Teor de umidade (b.u)} = \frac{m_{\text{inicial}} - m_{\text{final}}}{m_{\text{inicial}}} \times 100$$

Na determinação de umidade por secagem em estufa, o resíduo seco poderá ser utilizado para determinação de gordura, cinzas, proteína e fibra bruta.

***as amostras de amendoim devem ser previamente moídas e peneiradas (45 mesh). Adicionalmente, secar 100 g de material para ter amostras secas para a determinação de proteínas, lipídios e cinzas.**

2.2.2 Determinação do teor de cinzas

O teor de cinzas será determinado pelo método descrito por Gomes et al. (2003).

- Pesar um cadinho de porcelana (previamente aquecido em mufla a 550 °C, e resfriado em frasco dessecador) em balança analítica (M1);
- Pesar 1,0000 g da amostra no cadinho em balança analítica (M2);-
- Incinerar a amostra em uma mufla a 550 °C durante 3 horas ou até que as cinzas se tornem brancas.
- Posteriormente, o cadinho contendo as cinzas deve ser resfriado em dessecador até a temperatura ambiente, e a massa do cadinho+cinzas deve ser medida (M3). A porcentagem de cinzas no alimento é fornecida, então, pela seguinte expressão matemática:

$$\% \text{cinzas} = \frac{M3 - M1}{M2}$$

2.2.3. Determinação do teor de lipídios pelo método Soxhlet

- Pesar a amostra alimentar (aproximadamente 2,5000 g) em um cartucho extrator, depois cobrir com algodão (M1).
- Pesar o balão do extrator (previamente limpo e seco a 105 °C durante 1 hora) (M2)
- Transferir o cartucho no aparelho Soxhlet, conectando-o ao balão e ao condensador do aparelho (refrigerado à água).
- Adicionar aproximadamente 200 mL de éter de petróleo no balão ou uma quantidade adequada para a extração.
- Aquecer o balão no aparelho de extração (manta aquecedora).
- Proceder à extração continuamente por 4 horas, depois desligar o aquecimento e retirar o balão (que contem os lipídios dissolvidos no éter) do extrator. Tirar o cartucho com a amostra e recuperar o solvente.
- O balão contendo os lipídios deve ser levado a uma estufa de secagem (105 °C), permanecendo durante 3 horas. Após isso, o balão será resfriado em dessecador e sua massa será pesada (M3).

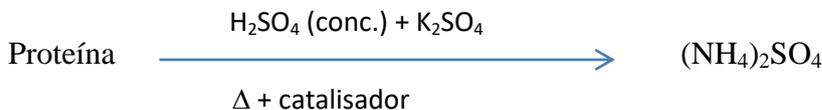
O teor de lipídios será:

$$\% \text{ Lipídios} = \left(\frac{M3 - M2}{M1} \right) * 100$$

2.2.4 Determinação do teor de proteínas

Na determinação do teor de proteínas das amostras alimentares será usado o método proposto por Kjeldahl. Este método tem sofrido numerosas modificações e adaptações (dependendo do tipo de amostra analisada), porém sempre se baseia em três etapas: digestão, destilação e titulação. Neste método, inicialmente a matéria orgânica da amostra alimentar é decomposta (digestão) e o nitrogênio nela presente (contido praticamente em sua totalidade nas proteínas que compõe o alimento) é convertido em amônia (NH₃), sendo esta destilada (destilação) para uma solução ácida (por exemplo, de HCl, H₂SO₄) de concentração conhecida. A amônia destilada reage com certa quantidade do ácido da solução, e o restante do ácido que não reagiu é titulado com uma solução de hidróxido de sódio (o titulante) de concentração conhecida. Assim, por meio deste procedimento de titulação reversa pode-se determinar a quantidade de amônia (que é convertida em quantidade de nitrogênio) liberada no processo inicial de digestão da amostra alimentar. Sendo o conteúdo de nitrogênio das diferentes proteínas aproximadamente 16 % (m/m), introduz-se o fator empírico 6,25 para transformar a massa de nitrogênio da amostra (em g) em massa de proteínas. Em alguns casos, emprega-se um fator empírico diferente de 6,25.

Digestão



Neutralização e destilação



Titulação



O procedimento da determinação do teor de proteínas é o seguinte:

- Pesas uma massa de aproximadamente 0,2 g do alimento em papel manteiga (para alimentos com alto teor de proteínas) e 0,5 (alimentos com menor teor de proteínas), colocar o conjunto em um tubo de digestão;
- Adicionar 2 g de mistura catalítica (sulfato de sódio anidro + sulfato de cobre pentaidratado 20:1);

- Adicionar 5 mL de ácido sulfúrico concentrado;
- Digerir as amostras no digestor a 400 °C (na capela), até a solução se tornar azul-esverdeada e livre de material não digerido (pontos pretos); neste ponto desligar o aquecimento;
- Deixar esfriar os tubos de digestão em temperatura ambiente;
- Adicionar 10 mL de água destilada nos tubos e colocar no aparelho de destilação;
- Adicionar vagarosamente a solução de NaOH 50% até a viragem a cor marrom (~15 mL);
- Para recolher o destilado, adicionar 10 mL de solução de ácido bórico a 4% (m/v) em um erlenmeyer de 250 mL e também adicionar o indicador misto (vermelho de metila 0,1% + verde de bromocresol 0,1% (m/v));
- A destilação termina quando toda a amônia já se despreendeu. A solução contendo ácido bórico com o indicador que no início apresentava coloração rósea adquire a cor azulada, à medida que vai se formando o borato de amônio.
- Titular a solução recolhida no erlenmeyer com solução de ácido clorídrico 0,1 M até a viragem do indicador.

O nitrogênio total é determinado pela seguinte equação:

$$NT = \frac{(Va - Vb) * 0,106 * 0,014 * 100}{M}$$

Onde:

NT = nitrogênio total

Va = volume de solução de ácido clorídrico gasto na titulação da amostra, mL

Vb = volume de solução de ácido clorídrico gasto na titulação do branco, mL

HCl 0,106 mol/L

0,014 = miliequivalente grama do nitrogênio

M = massa de amostra (em gramas)

Finalmente,

$$\text{Proteína bruta} = NT \times F_N$$

Onde:

F_N = fator de conversão 6,25

3. Referências bibliográficas

- Silva, D.J. De Queiroz, C.A. "Análise de Alimentos" - 3ª Edição. Editora UFV, 2006
- Gomes, J. C., Silva, M. H. L., Oliveira, C., *Análise de alimentos*, UFV, DTA: FUNARBE, 2003.
- Instituto Adolfo Lutz, *Métodos físico-químicos para a análise de alimentos*, 4ª Edição, 2005.