

A IMPORTÂNCIA DO PREPARO DA AMOSTRA PARA O SUCESSO DA ANÁLISE DE ALIMENTOS.

Karina Pinheiro Andrade

Leticia Alencar

Rosemary do Nascimento Porto Bragança

Curso de Mestrado em Alimentação, Nutrição e Saúde da Escola de Nutrição da Universidade Federal da Bahia - ENUFBA.

Dalva Maria da Nóbrega Furtunato ✉

Departamento de Ciência dos Alimentos da Universidade Federal da Bahia - ENUFBA.

✉ dalvamnf@terra.com.br

RESUMO

A amostragem constitui um conjunto de operações executadas dentro de uma especificação, assegurando que a amostra coletada contenha todas as características da matriz. É uma série de etapas executadas com as quais se obtém do material em estudo, uma porção pequena de tamanho apropriado para o trabalho em laboratório. Em experimentos com alimentos, os métodos analíticos são compatíveis com o tipo do produto a ser estudado. Portanto, deve-se obedecer a uma seqüência analítica, tais como: definição do problema, escolha do método, amostragem, pré-tratamento da amostra e separação, medição, calibração de equipamentos,

avaliação e a ação, onde qualquer falha em uma das etapas pode comprometer os resultados do estudo em desenvolvimento. O objetivo deste trabalho é apresentar de forma abrangente, informações quanto à importância do preparo da amostra, visando obter um resultado preciso para o sucesso nas análises de composição centesimal e mineral de alimentos.

Palavras-chave: alimentos. preparo da amostra. composição centesimal. composição mineral.

SUMMARY

The sampling constitutes inside in the set of executed operations of a specifica-

tion assuring that the collected sample, contains all the characteristics of the matrix. It is a series of stages executed with which it gets of the study material, a small portion of appropriate size for the work in laboratory. In experiments with foods, the methods of analyze are compatible to the kind of product to be studied. Therefore, it must be comply an analytical sequence as definition of the problem, choice of the method, sampling, pay-treatment of the sample and separation, measurement, calibration of equipment, evaluation and the action (analytical results used to take a decision regarding an original problem), therefore any failing in one of the stages can compromise the results of the study in question. The aim of the this work is to present the main topics argued in literature about the importance of preparation of the sample an result precision in the analysis food chemistry an mineral of foods.

Keywords: foods. sample prepare. centesimal composition. mineral composition.

1. INTRODUÇÃO

A amostra obtida para análises de alimentos pode ser definida como sendo um conjunto de unidade de amostragem, selecionada dentro de um universo ou de uma população. A unidade de amostragem é a unidade básica da amostra, sendo a população um conjunto de indivíduos com certas características semelhantes (CECCHI, 2003, KRUG, 2003, VOGEL, 1992, HARRIS, 1996).

A amostragem é o conjunto de operações com as quais se obtém, do material em estudo, uma porção bastante pequena, de tamanho adequado para realizar a análise no laboratório, mas que ao mesmo tempo represente todo o conjunto da amostra (CECCHI, 2003).

Na análise de alimentos, os objetivos se resumem em determinar um ou vários componentes, como no caso da determinação da composição centesimal e mineral, objetivando-se conhecer e controlar quimicamente a qualidade das matérias primas alimentares e dos produtos industrializados.

A escolha do método analítico vai depender de uma série de fatores, tais como: quantidade relativa do componente analisado, requisitos gerais do método, exatidão requerida, eficiência analítica e a composição química da amostra. As principais etapas que um analista deverá levar em conta ao analisar uma amostra são: definição do problema, escolha do método, amostragem, pré-tratamento da amostra e separação, medida, calibração, avaliação e ação (KRUG, 2003, NÓBREGA, 1998, BOCK, 1979).

De uma maneira geral, em um processo analítico o tempo empregado no preparo da análise é em torno de 60% e as outras etapas 40%, bem como a estimativa de erros no preparo é de 30% e nas outras etapas é de 70%, o que demonstra a importância dos cuidados em todo o processo analítico, ou seja, a necessidade de um planejamento cuidadoso em todas as etapas envolvidas no processo analítico, dependendo assim o sucesso da análise de uma preparação adequada da amostra (HARRIS, 1996, SETTLE, 1997).

O presente artigo tem como objetivo agrupar informações necessárias, com vistas a assegurar resultados corretos e confiáveis das amostras que serão preparadas para análise.

2. AMOSTRAGEM *limpa*

A primeira etapa de uma análise consiste em submeter a amostra a um tratamento adequado, visando sua preparação para os passos subsequentes da análise. A maneira de se decompor a amostra depende de sua natureza, do elemento a ser determinado e sua concentração, do método de análise, da

precisão e exatidão desejadas (CECCHI, 2003).

O procedimento da amostragem pode envolver estágios anteriores à análise do material, segundo critérios adequados. O incremento é a pequena porção de produto tomada como dispositivo de amostragem. A reunião dos incrementos forma a amostra bruta. A amostra reduzida é a redução da amostra bruta e duas ou mais porções idênticas. Amostra de laboratório é o resultado da redução da amostra bruta mediante operações conduzidas de maneira a garantir a continuidade da condição de representatividade da amostra (CECCHI, 2003, KRUG, 1998, HARRIS, 1996, SKOOG, 1996).

O analista deverá ter conhecimento detalhado prévio do material que será amostrado e na ausência da confiabilidade do método aplicado na amostragem, recorrer a métodos em que parcelas do material são selecionados em probabilidades estatísticas e as limitações da escolha da parte da amostra e itens analisados são cuidadosamente calculados e conhecidos de antemão (CECCHI, 2003, FURTANATO, 2000, VOGEL, 1992).

Existem dois tipos de amostragem: a amostragem ao acaso e a amostragem representativa ou sistemática. A amostragem ao acaso, aplica-se aos materiais com distribuição inteiramente casual; os incrementos são por acaso, cada porção do universo tem, assim, a mesma probabilidade de ser incluída na amostra. A amostragem representativa aplica-se particularmente, aos universos caracterizados por variações sistemáticas, sendo dividido em certo número real ou imaginária de estratos ou seções; e de cada estrato ou seções, deve-se tomar um número proporcional de incrementos ao acaso, seguindo um plano sistemático (HARRIS, 1996, VOGEL, 1992).

A amostragem e o seu posterior tratamento constituem operações de fundamental importância no método analítico, pois os resultados da análise so-

mente terão significado quando a porção do material tomada para análise for representativa do sistema e convenientemente tratada. Desse modo, o tratamento prévio da amostra deve garantir que suas características naturais sejam preservadas. Os erros cometidos durante a amostragem não poderão ser retificados ou compensados, por mais cuidadosas que venham ser as futuras análises (FURTUNATO, 2000, KRUG, 1998).

Quando a amostra é homogênea, como por exemplo, um líquido, o processo de amostragem é simples, onde qualquer fração reflete a composição média do conjunto. Caso o material seja heterogêneo, ou seja, uma mistura sólida, haverá necessidade de combinar várias porções a fim de se poder garantir que a amostra representativa seja selecionada para a análise.

3. COLETA, TRANSPORTE E ARMAZENAMENTO DAS AMOSTRAS

A coleta da amostra constitui a primeira fase da análise do produto. Dentro do conceito de que a análise começa com a coleta da amostra, o serviço de coleta deve estar bem integrado com o laboratório, devendo haver sincronismo entre a remessa e a capacidade do laboratório em executar as análises. As amostras para análises deverão ser enviadas separadas daquelas destinadas a análises microbiológicas. As amostras devem ser enviadas em sua embalagem original para evitar modificações em suas características, devendo ser acondicionadas em recipientes limpos e íntegros (BRASIL, 2003, IAL, 1985).

As amostras de produtos perecíveis deverão ser acondicionadas em recipientes isotérmicos, embaladas em sacos plásticos e acompanhadas de gelo ou outra substância refrigerante, cuidando-se sempre para que não haja contato destes com a amostra. As amostras que devem chegar congeladas ao laboratório serão acondicionadas em recipientes isotérmicos com gelo seco. Na

falta deste, acondicionar a amostra (previamente embalada e posteriormente embrulhada em papel alumínio ou plástico) em recipiente isotérmico com a adição de gelo comum. 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, recomendando-se que seja evitada a utilização de mecanismos que impliquem em estocagem intermediária entre o ponto de coleta e o laboratório. O armazenamento de forma adequada para garantir a sua integridade até o final da análise, devendo as amostras serem conservadas ao abrigo da umidade, luz e contaminação (BRASIL, 1999).

4. PRÉ -TRATAMENTO DA AMOSTRA 31

Dentre todas as etapas analíticas, a de pré-tratamento da amostra é a mais crítica. Em geral, é onde se cometem mais erros e se gasta mais tempo, sendo a etapa de maior custo. Por isso, os passos de um procedimento de pré-tratamento de amostra deverão ser sempre considerados cuidadosamente (KRUG, 2003, KRUG, 1998, NÓBREGA, 1998).

As etapas preliminares são procedimentos aplicados às amostras a partir do estado em que são coletadas e, em alguns casos, antes de serem entregues ao laboratório analítico. A maior parte delas envolve procedimentos físicos, tais como: moagem de sólidos, análise direta de sólidos, secagem, separação de componentes de amostras sólidas, operações de filtração (IAL, 1985).

Cada método analítico, inclui algum tipo de pré-tratamento de amostra. Frequentemente, esta etapa consome a maior parte do trabalho analítico. Assim, quando um método estiver sendo avaliado, seja quanto ao seu desempenho ser adequado ou não para o propósito analítico, seja na comparação de dois métodos, as etapas de pré-trata-

mento deverão ser sempre consideradas com muito cuidado (BACCAN, et al. 1979, RECHE, 2004).

No pré-tratamento das amostras utilizam-se termos como DISSOLUÇÃO da mostra, que significa que a amostra sólida, líquida ou gasosa é dissolvida em líquidos adequados a baixas temperaturas. A dissolução corresponde à transformação direta da amostra em uma solução, envolvendo ou não uma reação, enquanto que a ABERTURA da amostra significa converter a amostra em uma outra forma sólida com transformação química (KRUG, 2003, RECHE, 2004, ANDERSON, 1991).

5. CONTAMINAÇÃO DEVIDO A REAGENTES, RECIPIENTES E AMBIENTE

A contaminação são substâncias estranhas não favoráveis à análise, podendo ser introduzidas nas amostras a partir de várias fontes, podendo incluir os mesmos elementos que vão ser determinados, bem como outras substâncias interferentes e podendo vir a ser uma das maiores causas de erros em análises (NÓBREGA, 1998, SETTLE 1997).

A contaminação pode vir de reagentes, recipientes, e outros instrumentos usados para a separação e até mesmo da atmosfera do laboratório. Várias impurezas presentes na água e nos reagentes usados tornam-se fontes de contaminação, porque os reagentes de alto grau de pureza são obtidos comercialmente e alguns são facilmente purificados ou preparados em laboratórios. Entretanto, eles ainda contém apreciável quantidade de impurezas (KRUG, 2003, BARNES, 2003, KRUG, 1998).

As precauções e meios para minimizar a contaminação devido aos reagentes são: seleção de reagentes comerciais mais puros; purificação ou preparação de reagentes de alta pureza em laboratórios; evitar a estocagem prolongada de reagentes e estocá-los em recipientes próprios.

Recipientes e outros instrumentos que entrem em contato direto com a amostra são também fontes de perdas e contaminações. As superfícies dos aparelhos são atacadas, dissolvidas ou corroídas de alguma forma, contaminando as amostras. De um lado, vários elementos adsorvem ou aderem mais ou menos às superfícies, sendo mais difícil dissolvê-los completamente.

As etapas mais críticas da contaminação trazida pelo ar são: dissolução da amostra, evaporação, desidratação e incineração. Para minimizar a contaminação transmitida pelo ar, os seguintes pontos devem ser considerados: planejar adequadamente o laboratório, com atenção especial para o sistema de ventilação; remover todos os reagentes do laboratório e outras substâncias para evitar a contaminação; promover a manutenção adequada dos equipamentos; a vidraria e outros recipientes em uso deverão ser cobertos com vidro de relógio, para evitar possível contaminação ambiental.

Outras fontes de contaminação são os analistas, manipulações inadequadas, realização de diferentes análises em um mesmo ambiente, causando a contaminação cruzada. A atmosfera do laboratório contém várias espécies de gases, vapores e pequenas partículas de poeira prejudiciais, que causam contaminação. Reagentes, vidrarias, pessoas, roupas entre outras coisas presentes no laboratório, são fontes de contaminação ambiental.

A dissolução da amostra, evaporação, desidratação e incineração são as etapas mais críticas do ponto de vista da contaminação trazida pelo ar, devido às causas já conhecidas (FURTUNATO, 2000).

6. CONSIDERAÇÕES FINAIS

A análise química de alimentos começa com a amostragem, que determina o tamanho e o método de coleta da amostra para que ela seja representativa, levando-se em conta os vários aspectos.

Para garantir um eficiente programa de coleta de amostra, deve-se considerar os seguintes aspectos de qualidade: amostragem, controle de contaminação, preservação, transporte para o laboratório, entre outros.

Neste contexto, nenhuma das etapas do preparo das amostras pode ser considerada de forma fragmentada. Pelo contrário, todas as etapas do preparo da análise estão profundamente interligadas e alimentando-se entre si, permitindo garantir a exatidão e precisão de um resultado analítico

7. REFERÊNCIAS

- ANDERSON, R. *Sample Pretreatment and Separation. Analytical Chemistry Open Learning*. Chichester, John Wiley, 632, 1991.
- BACCAN, N.; ANDRADE, J. C. O. E. S.; BARONE, J. *Química Analítica Quantitativa Elementar*. São Paulo, 2ª ed, 87p, 1979.
- BARNES, R.M. *General trends in sample preparation*. In: *IV WORKSHOP SOBRE PREPARO DE AMOSTRAS*. Salvador-BA, , 20p, 2003
- BOCK, R. A. *Handobook of Decomposition Methods in Analytical Chemistry*. Glasgow: T& A. Constable Ltda, 449p,1979.
- BRASIL. Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento. *Adota o Regulamento Técnico Mercosul sobre Critérios para Validação de Métodos Analíticos Instrução Normativa nº 46, de 10 de Junho de 2003.*
- BRASIL. Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento. *Métodos Analíticos Físico-Químicos, para Controle de Produtos Cárneos e seus Ingredientes - Sal e Salmoura Instrução Normativa nº 20, de 21 de Julho de 1999.*
- CECCHI, H. M. *Fundamentos Teóricos e Práticos em Análise de Alimentos*. Ed. UNICAMP. 2º ed. 208 p 2003.
- FURTUNATO, D. M. N. *A importância da preparação adequada da amostra para o sucesso da análise*. 2000, 25p, Monografia (Pós- Graduação em Química). Universidade Federal da Bahia, Salvador, 2000.
- HARRIS, D. C. *Quantitative Chemical Analysis*. 4º ed, New York: W. H. Freeman and Company, 837 p, 1996.
- INSTITUTO ADOLF LUTZ (IAL). *Métodos Químicos e Físicos para Análise de Alimentos*. Normas Analíticas do Instituto Adolf Lutz, v 1, ed. São Paulo, 552p,1985,
- KRUG, F. J. *Métodos de decomposição de amostras*. In: *IV WORKSHOP SOBRE PREPARO DE AMOSTRAS*, Salvador - BA, abril, 97p, 2003.
- KRUG, J. F. *Pré - tratamento de amostras*. In: *WORKSHOP SOBRE MÉTODOS DE DECOMPOSIÇÃO DE AMOSTRAS*, Centro de Energia Nuclear na Agricultura USP, São Paulo, 108 p, 1998.
- NÓBREGA, A. J. *Preparo de Amostra*. In: *CURSO DE PROCEDIMENTOS ANALÍTICOS DE SOLUBILIZAÇÃO DE AMOSTRAS*, Departamento de Química de Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, 108p, 1998.
- RECHE, R. V. *Monografia: Métodos para Digestão e Análise de elementos Minerais de Alimentos*. Universidade de São Paulo, Instituto de Química de São Carlos, PET - IQSC. 65p, 2004.
- SETTLE, A. F. *Handbook of Instrumental Techniques for Analytical Chemistry*. New Jersey: Precision Graphic Services, 994 p, 1997.
- SKOOG, D. A. WEST, D. M. , HOLLER, F. J. *Fundamentals of Analytical Chemistry*. 7ª ed. Sanders College Publishers, 849 p, 1996
- VOGEL A. I. *Análise Química Quantitativa*. Revista por G. H. Jeffery, J. Basset, J. Mendlam & R. C. Denney. Tradução por Horácio Macedo. 5ª Ed. Rio de Janeiro: LTC - Livros Técnicos e Científicos. Tradução de Textbook of Qualitative Chemical Analysis, 712 p, 1992. ❖