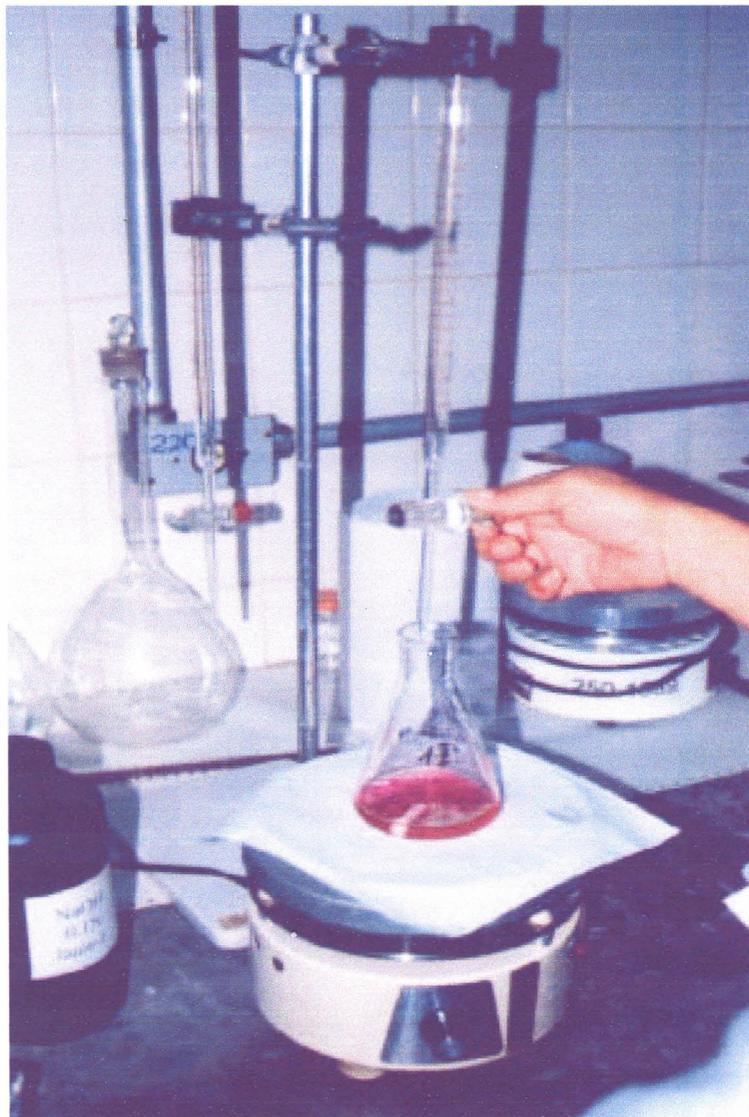


Tópicos em Análise de Alimentos



República Federativa do Brasil

Luiz Inácio Lula da Silva
Presidente

Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento

Roberto Rodrigues
Ministro

Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária – Embrapa

Conselho de Administração

José Amauri Dimázio
Presidente

Clayton Campanhola
Vice-Presidente

Alexandre Kalil Pires

Hélio Tollini

Ernesto Pateriani

Luis Fernando Rigato Vasconcellos

Membros

Diretoria-Executiva da Embrapa

Clayton Campanhola
Diretor-Presidente

Gustavo Kauark Chianca

Herbert Cavalcante de Lima

Mariza Marilena T. Luz Barbosa

Diretores-Executivos

Embrapa Amapá

Arnaldo Bianchetti
Chefe-Geral

Gilberto Ken-Iti Yokomizo

Chefe-Adjunto de Pesquisa e Desenvolvimento

Antônio Carlos Pereira Góes

Chefe-Adjunto de Administração



ISSN 1517-4859
Dezembro, 2003

*Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária
Centro de Pesquisa Agroflorestal do Amapá
Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento*

Documentos 50

Tópicos em Análise de Alimentos

Valéria Saldanha Bezerra

Macapá, AP
2003

Exemplares desta edição podem ser adquiridos na:

Embrapa Amapá

Endereço: Rodovia Juscelino Kubitschek, km 05, CEP-68.903-000,
Caixa Postal 10, CEP-68.906-970, Macapá, AP

Fone: (96) 241-1551

Fax: (96) 241-1480

Home page: <http://www.cpfap.embrapa.br>

E-mail: sac@cpfap.embrapa.br

Comitê de Publicações da Unidade

Presidente: Gilberto Ken-Iti Yokomizo

Membros: Antônio Cláudio Almeida de Carvalho, Gilberto Ken-Iti Yokomizo,
Márcio Costa Rodrigues, Raimundo Pinheiro Lopes Filho, Ricardo Adaime da
Silva, Valéria Saldanha Bezerra.

Supervisor Editorial: Gilberto Ken-Iti Yokomizo

Revisor de texto: Elisabete da Silva Ramos

Normalização bibliográfica: Solange Maria de Oliveira Chaves Moura

Editoração: Otto Castro Filho

Foto da capa: Gilberto Ken-Iti Yokomizo

1ª Edição

1ª Impressão 2003: tiragem 150 exemplares

Todos os direitos reservados.

A reprodução não autorizada desta publicação, no todo ou em parte,
constitui violação dos direitos autorais (Lei nº 9.610).

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)
Embrapa Amapá

Bezerra, Valéria Saldanha.

Tópicos em Análise de Alimentos / Valéria Saldanha Bezerra. - Macapá:
Embrapa Amapá, 2003.

19p. il. ; 21 cm (Embrapa Amapá. Documentos, 50).

ISSN 1517-4859

1. Análise de Alimentos. II. Título. III. Série.

CDD: 632.7

© Embrapa - 2003

Autores

Valéria Saldanha Bezerra

Engenheira Agrônoma, M.Sc., Rodovia Juscelino
Kubitschek, km 05, CEP-68903-000,
Macapá, AP, (96) 241-1551,
sac@cpafap.embrapa.br

Apresentação

Os alimentos são essenciais a sobrevivência de todo ser vivo, pois é através deles que obtemos todos os nutrientes necessários para a manutenção da vida. Porém não basta apenas consumir, devemos ter o máximo de cuidado para que estejamos ingerindo alimentos com o máximo de qualidade, sem presença de contaminantes, pois conforme sua origem, podendo ser animal, vegetal ou mineral, a forma de manuseio tanto no momento de colheita, abate ou envasamento, assim como os procedimentos de transporte até o consumidor, os alimentos sofrem diferentes intensidades de contaminações e alterações físico-químicas. Deste modo a Embrapa Amapá apresenta um documento que é utilizado em seus cursos laboratoriais, redigido de forma clara e direta, visando facilitar o sequenciamento dos procedimentos necessários para a execução de atividades rotineiras de análise de alimentos.

Gilberto Ken-Iti Yokomizo
Chefe Adjunto de Pesquisa e Desenvolvimento

Sumário

Tópicos em Análise de Alimentos	9
Noções básicas de boas práticas de laboratório	9
Roupas.....	9
Vidrarias e equipamentos.....	9
Uso de vidrarias.....	9
Limpeza.....	10
Equipamentos.....	10
Amostragem, coleta, acondicionamento e preparo de amostras de alimentos	10
Normas gerais na coleta de amostra.....	11
Classes de amostras.....	11
Procedimentos com a amostra no Laboratório de Alimentos	12
Recepção, inspeção e identificação da amostra.....	12
Solubilização da amostra.....	12
Preparo da amostra.....	12
Conservação da amostra.....	13
Considerações gerais sobre bromatologia	14
Valor nutritivo dos alimentos	14
Acidez Total Titulável (ATT)	16
Equipamentos.....	16
Reagentes.....	16
Preparo da amostra.....	16
Procedimento volumétrico:.....	16
Procedimento eletrométrico:.....	17
Cálculo.....	17
Preparo das soluções:.....	17
Fator de correção:.....	17
Referências Bibliográficas	19

Tópicos em Análise de Alimentos

Valéria Saldanha Bezerra

Noções básicas de boas práticas de laboratório

Roupas

Uso obrigatório do jaleco, para evitar que reagentes caiam sobre a roupa. Deve estar sempre limpo, principalmente em laboratório de alimentos, para não se tornar uma fonte de contaminação.

Uso de roupas apropriadas, evitar salto alto, saia, blusas curtas, etc.

Vidrarias e equipamentos

Verificação das condições laboratoriais necessárias para a execução das análises (água destilada, freezer, estufa, geladeira, etc).

Relacionar todo o material necessário ao desenvolvimento da análise antes de iniciar o trabalho (reagentes, soluções, vidrarias, etc.).

Observar a concentração das soluções.

Separar todo o material e colocar no balcão.

Verificar se as planilhas estão confeccionadas.

Uso de vidrarias

Usar de forma correta as vidrarias volumétricas, observando o volume, limpeza e o tipo de reagente a ser mensurado. Quanto mais próximo da capacidade do volume a ser pipetado, maior a precisão.

Recolhimento das vidrarias após o uso, descartando-se o material usado. Lavar o excesso com água corrente, depois colocar detergente neutro, enxaguar cinco vezes e finalmente enxaguar com água destilada somente uma vez e deixar secar. Se tiver que deixar de molho, colocar detergente e água apenas.

Para retirar marcação de tinta das vidrarias, deixar de molho ou passar álcool.

Alguns equipamentos não podem ir à estufa para secar, como pipetas, provetas e balão volumétricos, pois perdem a calibração, aumentando a margem de erro das análises. Devem ser deixados secar de cabeça para baixo, sob um papel.

Ao colocar vidrarias específicas na estufa para secar, deve-se observar a temperatura que estas são calibradas, que está estampada no vidro, para não descalibrar.

Limpeza

Bancadas de laboratório devem ficar limpas antes e após o uso.

Equipamentos

Verificar a voltagem dos aparelhos antes de ligar a tomada.

Após o uso desligar o aparelho e desconectar da tomada, não puxando pelo fio.

Amostragem, coleta, acondicionamento e preparo de amostras de alimentos

A amostragem de alimentos tem por finalidade obter amostras perfeitamente representativas da média do material a ser analisado. A exatidão analítica perde totalmente sua importância se a amostragem não for feita cuidadosamente e sob critérios precisos e racionais.

As amostras de alimentos podem ser coletadas nos locais de fabricação, preparo, depósito, acondicionamento, transporte e locais de venda. Devem-se retirar várias amostras parciais, colhidas em diferentes pontos do local de interesse. Dessa amostra média, às vezes volumosa, após homogeneizada, podem ser retiradas amostras parciais, antes que sejam enviadas ao laboratório.

Os alimentos são muito variáveis em sua composição, principalmente os alimentos frescos de origem vegetal. Deve-se levar em consideração que existem comportamentos fisiológicos distintos; modificações advindas do tipo de processamento que foi aplicado ao alimento e diferenças na composição entre as várias partes da mesma fruta ou verdura.

Após colhidas as amostras, elas devem ser embaladas em sacos plásticos ou de papel, ou acondicionadas em frascos de vidro ou de plástico, ou ainda envolvidas em filme de alumínio (para preservá-las da ação deletéria da luz do sol), e devem ser seladas, rotuladas convenientemente e transportadas imediatamente ao laboratório.

A manipulação da amostra até o momento de sua análise deverá ser tão cuidadosa quanto possível, para evitar a ocorrência de alterações nos princípios nutritivos existentes., pois os erros cometidos durante a amostragem não poderão ser retificados ou compensados, por mais cuidadosas que venham ser as futuras análises.

Normas gerais na coleta de amostra

As amostras devem ser retiradas ao acaso

O número de amostras deve ser de:

> 4 (sempre)

≤ 100 recipientes 10% a coletar (mínimo de 5)

101 a 200 recipientes 5% a coletar (mínimo de 10)

201 a 2000 recipientes 3% a coletar (mínimo de 25)

> 2000 recipientes 1% a coletar (mínimo de 50)

A quantidade da amostra deve ser suficiente para a realização de todas as análises.

A embalagem deve preservar o alimento contra qualquer alteração entre o local de coleta e o laboratório.

Rotulagem – A identificação da amostra deve conter:

- Produto:
- Local de coleta:
- Data de coleta (inclusive hora):
- Observação:

O transporte deve ser feito imediatamente ao laboratório, para evitar qualquer alteração. Amostras facilmente deterioráveis devem ser refrigeradas.

Classes de amostras

Amostra Média: Permite deduzir a qualidade média da população. Deve ser tomada de tal forma que em quantidade reduzida apresente composição semelhante a que resultaria da mistura total do produto.

Amostra Arbitrária: É aquela que se coleta, arbitrariamente, de uma parte da mercadoria. Não permite a dedução da composição média do total.

Contra-Amostra ou Contra-Prova: É aquela que permanece em poder do proprietário da mercadoria, devendo ser tomada nas mesmas condições e tamanho que a amostra normal. Permite a contestação de resultados.

Procedimentos com a amostra no Laboratório de Alimentos

Recepção, inspeção e identificação da amostra

Toda amostra receberá um número de Protocolo de entrada do Laboratório. Deve-se observar se há alguma anormalidade na amostra quanto ao seu aspecto físico, odor, cor, condições da embalagem original e manchas e anotar no Protocolo de entrada do Laboratório.

As amostras devem ser identificadas com etiquetas em que sejam discriminadas seu código de origem e/ou protocolo interno de Laboratório, sua procedência e eventuais precauções que se fizerem necessárias.

Solubilização da amostra

A amostra recebida pelo Laboratório deve ser dividida em duas partes iguais, sendo que uma será usada nas análises e a segunda deverá ser reservada e guardada como contra-prova dos resultados.

As amostras, tanto a destinada para análise quanto à destinada à contra-prova, devem ser acondicionadas em recipientes adequados, de acordo com a natureza da amostra (estado físico), para que as modificações químicas, bioquímicas e microbiológicas sejam as mínimas possíveis.

Os recipientes para amostras líquidas devem ser de vidro, e para as amostras sólidas pode se utilizar sacos de polietileno, frascos de plástico ou de vidro. Os frascos de plástico e vidro devem ter fechamento hermético.

Preparo da amostra

Em amostras sólidas deve-se retirar da amostra porções representativas de vários pontos como lado, fundos centro, etc. Para homogeneizar a amostra deve-se juntar novamente as partes e moer em moinho de martelos até obter a menor granulometria possível.

Para qualquer análise deve-se espalhar a amostra sobre uma folha de papel de filtro grande, e quartear, ou seja, dividir em quatro partes semelhantes na forma de cruz e devolver 2 segmentos opostos ao frasco ou embalagem da amostra. Com os outros 2 segmentos, juntar e repetir o processo de quartear. Deve-se usar 2 segmentos opostos para pesar a amostra para análises.

No caso de amostras em pó ou granuladas deve-se proceder o quartear, sem necessidade de retirar porções e moer.

Para amostras líquidas deve-se proceder uma homogeneização no próprio frasco ou chapa de agitação mecânica. Produtos líquidos gaseificados devem ser retirados primeiro o gás através de agitação ou em banho ultra-som.

Produtos de diferentes consistências devem ser homogeneizados em "blender", liquidificador ou processador.

Amostras com alto teor de umidade, como é o caso de frutas, hortaliças e polpas, devem ser desumidificadas antes das análises, para facilitar algumas determinações. Esta desumidificação deve ser realizada em estufa ventilada ou a vácuo a 45°C, onde as amostras serão espalhadas em bandejas de alumínio, aço, ou vidro de relógio. Após a retirada do excesso de umidade, procede-se a moagem e o quartear. Mas deve-se ter o cuidado de fazer a determinação da umidade em amostra fresca.

Conservação da amostra

Amostras de produtos perecíveis devem ser armazenadas em freezers e/ou refrigeradores até sua utilização. Mas deve-se obedecer o tempo de descongelamento natural para posterior utilização.

Produtos propensos a reações enzimáticas rápidas não devem ser desintegrados por corte, moagem, maceração, etc. antes de conservados por refrigeração. Deve-se congelar o alimento inteiro, sem qualquer preparação de amostra, procedendo-o imediatamente antes das análises. Neste caso pode-se utilizar nitrogênio líquido, cujo poder de congelamento é instantâneo, devendo-se ter o cuidado de não queimar as mãos.

Em amostras descongeladas, não deve-se desconsiderar a água de escorrimento. Também deve-se ter o máximo cuidado com formigas e insetos e as amostras devem ficar longe da luz do sol, calor, gases e poeira.

Considerações gerais sobre bromatologia

A composição química de frutos e hortaliças é de grande importância não apenas do ponto de vista nutricional como também da qualidade sensorial e econômica. O alimento tem como função básica a promoção do crescimento e desenvolvimento, fornecimento de energia, reposição das perdas diárias e regulação do metabolismo.

A palavra bromatologia vem do grego *broma*= alimento e *logos*= estudo, assim a Bromatologia é a ciência que estuda os alimentos sob vários aspectos:

estudo da análise dos alimentos e seus componentes químicos, naturais ou adicionados (intencional ou acidentalmente);

estudo das bases de uma alimentação racional a partir do conhecimento da função dos componentes dos alimentos no organismo;

estudo da promoção de normas e legislações adequadas para assegurar a qualidade dos alimentos e reprimir fraudes.

A análise bromatológica de alimentos é etapa importante na validação de novos produtos alimentares, assim como na investigação da manutenção da qualidade de um produto.

Neste documento são descritos os procedimentos relativos à amostragem para análise, preparo e armazenamento de amostras de alimentos para consumo humano.

Valor nutritivo dos alimentos

Os alimentos têm seu conjunto de propriedades relacionadas diretamente com a qualidade e a quantidade dos constituintes químicos presentes no mesmo.

De um modo geral, os constituintes químicos dos alimentos podem ser agrupados em duas categorias:

Constituintes básicos ou nutritivos: água, carboidratos, gorduras, proteínas, minerais e vitaminas.

Constituintes secundários: enzimas, ácidos orgânicos, compostos voláteis, pigmentos, pectinas, substâncias aromáticas, etc.

Estas substâncias são responsáveis pelas características nutritivas e/ou sensoriais dos alimentos, atuando de modo diverso, como pode ser visualizado abaixo:

Características do alimento	Constituintes químicos responsáveis
Valor nutritivo	Proteínas, minerais, açúcares, vitaminas, etc.
Cor	Enzimas, pigmentos, etc.
Sabor	Ácidos orgânicos, açúcares, fenólicos, etc.
Odor	Óleos essenciais, compostos voláteis, etc.
Textura	Pectinas, gomas, proteínas, etc.

O valor nutritivo muda com o avanço da maturação, tonando-se maior, embora ocorra variação na proporção dos nutrientes. Os dados sobre a composição química de frutos e hortaliças são bastante variáveis, em decorrência dos numerosos fatores de influência, tais como diferença entre cultivares, grau de maturidade do produto, estação de colheita, local e clima.

Perdas substanciais de nutrientes podem ocorrer com o armazenamento especialmente de vitamina C, contribuindo também para a variação na composição. Os fatores causais que devem ser considerados são as elevadas temperaturas, baixa umidade relativa, danos físicos e injúrias pelo frio.

A composição química de frutos e hortaliças é de grande importância não apenas do ponto de vista nutricional como também da qualidade sensorial e econômica. Da maioria dos componentes químicos a umidade (ou sólidos solúveis) é sem dúvida o critério de qualidade mais freqüentemente utilizado.

Com poucas exceções notáveis (oliva, abacate e sementes oleaginosas) a maioria dos frutos tropicais e sub-tropicais são pobres em lipídeos. Com exceção das hortaliças leguminosas, as proteínas são de pouco valor. Os carboidratos são os principais componentes na avaliação da qualidade de frutos e hortaliças - não apenas pelo seu valor nutricional como fonte de energia mas por causa da sua relação com atributos sensoriais do "flavour" (por ex.: a proporção açúcar/ácido) e a textura (por ex.: a proporção açúcar/amido, proporção pectina/protopectina).

Os frutos e hortaliças são importantes fontes de minerais, sendo consistentemente ricos em potássio e em muitos casos boas fontes de cálcio, fósforo e ferro.

Das vitaminas em frutos e hortaliças, com poucas exceções, apenas a provitamina A (α e β -caroteno) e vitamina C são de importância; não apenas por

suas contribuições ao valor nutritivo, mas no caso da vitamina A, sua contribuição à aparência (cor amarelo-laranja) e vitamina C como indicador de frescura.

Acidez Total Titulável (ATT)

Os dois métodos comumente usados para medir a acidez de frutos e hortaliças são a percentagem de ácido orgânico (Tabela 1) e a concentração de íon hidrogênio ou pH. Pode ser generalizado que, para propósitos de indicar o parâmetro do sabor ácido ou azedo, a acidez total titulável é o método mais viável, enquanto que para propósitos de determinar a qualidade dos produtos processados, o pH é o método mais útil. Detalhes de um método simplificado para determinar a percentagem de acidez total titulável com suficiente exatidão são apresentados.

Deve-se ler o pH antes de fazer a leitura da acidez total.

Equipamentos

Bureta de 500mL graduada em 0,1mL; frasco Erlenmeyer de 125mL; pipeta volumétrica (10mL); proveta (30mL); balança analítica e medidor de pH.

Reagentes

NaOH e indicador fenolftaleína.

Preparo da amostra

Tomar uma amostra de 10 a 20 g (mL) do tecido comestível homogeneizada num frasco Erlenmeyer de boca larga;

Acrescentar água destilada até o volume final de 50 ou 100mL (para amostras de 10g (mL) completar o volume final para 50mL).

A titulação volumétrica pode ser usada se a amostra não for totalmente colorida, ou o procedimento eletrométrico se for altamente colorida.

Procedimento volumétrico:

Colocar 5 a 10mL da amostra em erlenmeyer;
Colocar um pouco de água (30mL);
Acrescentar gotas de fenolftaleína (3 - 4);
Encher a bureta com NaOH 0,1 N;

Agitar o frasco erlenmeyer, adicionando-se cuidadosamente o NaOH da bureta até a mudança e cor da solução para levemente róseo.

Procedimento eletrométrico:

Colocar os eletrodos do medidor de pH na amostra;
Acrescentar água destilada, se necessário, para cobrir os eletrodos completamente.

Cálculo

Para uma amostra de 10 g (mL) multiplicar o volume de NaOH 0,1 N (mL) pelo fator apropriado de acordo com o ácido listado abaixo. Para uma amostra de 20 g (mL) dividir o volume (mL) de NaOH 0,1 N por 2 antes de multiplicar.

Preparo das soluções:

1- Solução de NaOH 0,1N:

1N \longrightarrow 40g
0,1N \longrightarrow X X = 4g/1.000mL água destilada

2 - Solução Ácido oxálico 0,1N:

1N \longrightarrow 63g
0,1N \longrightarrow X X = 6,3g/1.000mL água destilada

Fator de correção:

Colocar 50mL de água destilada no erlenmeyer;

Pipetar 5mL de ácido oxálico 0,1N;

Colocar 3 gotas de fenolftaleína 1%;

Titular NaOH 0,1 N;

Considerar o volume gasto de NaOH 0,1N para neutralizar o ácido oxálico 0,1N;

O fator de correção deverá dar próximo de 1,00

Tabela 1. Fatores para álcali 0,1 N de ácidos orgânicos.

ÁCIDO	PESO MOLECULAR	FATOR ÁLCALI 0,1 N
Cítrico (anidro)	192,00	0,06404
Cítrico (hidratado)	210,14	0,07005
Acético	60,05	0,06005
Lático	90,08	0,09008
Málico	134,09	0,06705
Tartárico	150,09	0,07505

Por causa dos sistemas tampões naturais encontrados em praticamente todos os frutos, eles podem ser acidificados por ácidos orgânicos ou inorgânicos até que o sistema tampão esteja saturado sem mostrar qualquer variação no pH. Assim, afim de se determinar a verdadeira acidez do fruto é necessário quantificar os ácidos presentes por outros métodos (veja como exemplo a tabela 2).

Tabela 2. Composição em ácidos orgânicos de cenoura.

ÁCIDO ORGÂNICO	CENOURA (% de acidez total)
Pirúvico	0,1
Glioxílico	0,1
Fumárico	0,4
Succínico	0,5
Oxaloacético	1,8
Málico	41,7
Cítrico	2,0
Isocítrico	53,4

O teor de ácidos orgânicos, com poucas exceções, diminui com a maturação, em decorrência do processo respiratório ou da sua conversão em açúcares. Sendo o período da maturação o de maior atividade metabólica, os ácidos orgânicos constituem uma excelente reserva energética do fruto, através de sua oxidação no ciclo de Krebs.

São numerosos os compostos ácidos, com natureza química variada. Dentre eles, os mais abundantes em frutos são o ácido cítrico e o málico, havendo predominância desses ou de outros, de acordo com a espécie (Tabela 3).

Tabela 3. Ácidos orgânicos predominantes em algumas espécies de frutos e hortaliças.

ÁCIDO ORGÂNICO	FRUTOS	HORTALIÇAS
Ácido cítrico	Abacaxi, Bagas Cítricos Goiaba Manga Pêra Pêssego Carambola Fruta-do-conde Mamão Maracujá Melão	Batata Beterraba Hortaliças folhosas Tomate
Ácido málico	Ameixa Banana Cereja Maçã Caju	Alfafa Aipo Brócoli Cenoura
Ácido oxálico		Espinafre
Ácido pirúvico		Cebola e alho
Ácido Tartárico	Tamarindo Uva	

Os teores de acidez, em geral, não excedem 1,5 a 2 %, com raras exceções, como em limão e espinafre que podem conter teores acima de 3 % e tamarindo que pode conter até 18 %. A acidez também pode ser muito baixa em alguns frutos (Tabela 4).

Tabela 4. Teores de acidez total titulável em algumas espécies de frutos.

ESPÉCIE/CV.	ACIDEZ	ESPÉCIE/CV.	ACIDEZ
Ameixa - R. Cláudia	1,35	Mamão	0,15
Banana Prata	0,44	Manga Haden	0,03
Laranja Pêra Rio	0,99	Goiaba	0,53
Pêssego Talismã	0,32	Maracujá Flavicarpa	4,60
Tamarindo	17,10 - 18,40	Melão Tendral	0,138
Melão Piele de Sapo	0,105	Melão Gália	0,054

Referências Bibliográficas

CHITARRA, A.B.; CHITARRA, M.I.F. **Pós-colheita de frutos e hortaliças: fisiologia e manejo.** Lavras: ESAL/FAEPE, 1990. 320p.

NOGUEIRA, A.R. de A.; MACHADO, P.L.O. de A.; CARMO, C.A. F. de S. do; FERREIRA, J.R. (ed.), **Manual de laboratório: solo, água, nutrição vegetal, nutrição animal e alimentos: coleta, acondicionamento e preparo de amostras.** São Carlos: EMBRAPA – CPPSE, 1998. p. 67-72.

VILAS BOAS, E.V. de B.; COELHO, A.H.R., colab. **Bromatologia: aulas práticas.** Lavras: UFLA, 199-. 30p. Apostila.

Embrapa

Embrapa Amapá

**Ministério da Agricultura,
Pecuária e Abastecimento**

