



**Universidade de Aveiro** Departamento de Química  
Ano 2012

**Vanessa Nogueira  
Mateus**

**Espectroscopia de Infravermelho na  
análise dos Ovos Moles de Aveiro**



**Universidade de Aveiro** Departamento de Química  
Ano 2012

**Vanessa Nogueira  
Mateus**

**Espectroscopia de Infravermelho na  
análise dos Ovos Moles de Aveiro**

Tese apresentada à Universidade de Aveiro para cumprimento dos requisitos necessários à obtenção do grau de Mestre em Biotecnologia ramo Alimentar, realizada sob a orientação científica do Doutor Manuel António Coimbra Rodrigues da Silva, Professor Associado com Agregação do Departamento de Química da Universidade de Aveiro e da Mestre Patrícia Cláudia Cardoso Teixeira Freitas da Naia Barros, Técnica Superior Química Alimentar da Associação de Produtores de Ovos Moles de Aveiro (APOMA).

Dedico este trabalho aos meus pais, irmãos e avó.

“If I have the belief that I can do it, I shall surely acquire the capacity to do it even if I may not have it at the beginning.”

Mahatma Gandhi

## **o júri**

Presidente

**Prof. Doutor Jorge Manuel Alexandre Saraiva**  
investigador auxiliar do Departamento de Química da Universidade de Aveiro

**Prof.<sup>a</sup> Doutora Ivonne Delgadillo Giraldo**  
professora associada com agregação do Departamento de Química da Universidade de Aveiro

**Prof. Doutor Manuel António Coimbra Rodrigues da Silva (Orientador)**  
professor associado com agregação do Departamento de Química da Universidade de Aveiro

**Mestre Patrícia Cláudia Cardoso Teixeira Freitas da Naia Barros (Co-orientadora)**  
técnica superior química alimentar da Associação de Produtores de Ovos Moles de Aveiro (APOMA)

## **Agradecimentos**

Ao Professor Doutor Manuel A. Coimbra, pela oportunidade de realização deste estágio, pelo apoio, motivação, disponibilidade e, especialmente, pela paciência demonstrada na partilha de conhecimentos ao longo deste trabalho.

À Mestre Patrícia Naia pela oportunidade, orientação e transmissão de conhecimentos.

Ao Doutor António Barros pela disponibilidade para a realização da análise multivariada de dados.

À APOMA pela cedência das amostras de Ovos Moles de Aveiro utilizadas neste trabalho.

À Dulce Helena pelos seus conhecimentos técnicos dos aparelhos de infravermelho.

À Susana, à Ana Maria e à Catarina pelo seu apoio imprescindível na partilha dos seus conhecimentos de infravermelho.

À Rosa, ao Michael e à Lisete, por se terem disponibilizado a acompanhar-me no laboratório fora de horas, fins-de-semana e feriados, e pelo seu entusiasmo pela investigação.

Ao Márcio, Vítor, Mickael e Ângelo pelo seu bom humor e conselhos partilhados ao longo do meu trabalho de laboratório.

À Angélica e à Élia pela sua preocupação, orientação e conselhos.

A todos os outros colegas de laboratório pelo apoio e motivação.

A Dr.<sup>a</sup> Ana e ao Nuno S. um agradecimento especial, pela amizade, conselhos e paciência extrema.

À Mariana, à Cátia, à Andreia e Fátima, um agradecimento muito especial, cuja amizade, paciência ilimitada, conselhos, formatações, disponibilidade, mas principalmente por acreditarem em mim e me aturarem ao longo destes anos.

A todos os outros amigos (Sónia, Patrícia, Fafe, Nelson, Nuno V., Rodrigo, Tiago, Danny, pessoal do inglês, etc.) pelo apoio, paciência e incentivo.

Ao meu primo Nelson pela sua preocupação, lições de vida e amizade ao longo do meu percurso académico.

Aos meus pais, irmãos e avó um agradecimento eterno, por todo o apoio, paciência e conselhos, que me proporcionaram em prol do meu sucesso pessoal e académico.

**palavras-chave**

Ovos Moles de Aveiro, Espectroscopia de Infravermelho Médio, Espectroscopia de Infravermelho Próximo, Análises Químicas, Certificação, Análise dos Componentes Principais.

**resumo**

Os Ovos Moles de Aveiro (OMA) são um doce tradicional de Aveiro, o qual beneficia do estatuto de garantia de qualidade, a Indicação Geográfica Protegida. O processo de certificação é gerido pela Associação de Produtores de Ovos Moles de Aveiro (APOMA) que em conjunto com Organismo de Certificação (OC) garantem a qualidade e segurança dos OMA.

Este trabalho inseriu-se no processo de certificação dos OMA através da realização de análises químicas e sensoriais a 68 amostras fornecidas pelo OC. O trabalho desenvolvido nas análises sensoriais consistiu na receção e preparação das amostras para a prova sensorial, assim como a participação no painel de provadores dos OMA. Nas análises químicas, 54 amostras foram aprovadas como representativas dos OMA. A sacarose foi o parâmetro ao qual foi atribuída a maioria das não conformidades. Tal facto poderá ser devido às análises feitas para a elaboração do Caderno de Especificações terem utilizado somente massas frescas, ao contrário do que foi feito neste trabalho. Estes resultados levam a inferir que deverá ser considerado um ajuste nos valores de referência estipulados pelo aderno de especificações dos OMA, tendo em atenção o prazo de validade.

A espectroscopia de infravermelho médio (MIR) e próximo (NIR) foi utilizada na análise dos OMA, utilizando dois equipamentos de MIR e um de NIR. Os resultados obtidos no MIR permitem inferir a reprodutibilidade da análise independentemente do equipamento usado. A PCA (Análise dos Componentes Principais) dos espectros de MIR obtidos na região  $1800-800\text{ cm}^{-1}$  permite verificar a separação das amostras de acordo com os parâmetros humidade (PC1 negativo), sacarose (PC1 positivo) e gordura (PC3). A PCA realizada para os espectros de NIR também permitiu a separação das amostras de OMA relativamente aos parâmetros humidade (PC1 positivo) e sacarose (PC1 negativo), com 90% da variabilidade total das amostras explicada pelo PC1.

Este trabalho mostrou que a espectroscopia de infravermelho pode ser utilizada para uma fase de avaliação rápida, em tempo real dos OMA permitindo que, pela análise dos sinais espectroscópicos dos parâmetros humidade, sacarose e gordura, seja possível uma verificação das amostras conformes. Tal permitirá a redução do número de amostras a avaliar pelo método químico, e assim tornar o processo de certificação mais rápido e eficiente.

**keywords**

Ovos Moles de Aveiro, Mid Infrared spectroscopy, Near Infrared spectroscopy, Chemistry analysis, Certification, Principal Component Analysis

**Abstract**

Ovos Moles de Aveiro (OMA) is a traditional sweet of Aveiro, to which are granted a status of quality assurance, the Protected geographical indication (PGI). The certification process is managed by the Association of Producers of OMA (APOMA) which, together with the Product Certification Body (PCB), guarantees the quality and safety of this food product.

This work was done in the aim of the certification process of OMA by performing chemical and sensorial analysis of 68 samples provided by the OPCC. The reception and preparation of samples for sensory testing was accomplished, as well as participation in the taster's panel of OMA. Concerning the results of chemical analysis, 54 samples were approved as OMA. The sucrose was the parameter with higher number of non-conformities. This may be due to the fact that the analysis for the elaboration of the Product Specification Guide Book only performed with fresh product, whereas in this work products with several days have been analysed. These results led to the conclusion that an adjustment should be made in the reference values stated in the Product Specification Guide Book, with attention to the shelf life date.

The Mid (MIR) and Near (NIR) infrared spectroscopies were used for OMA analysis, using two MIR equipments and one NIR. The results obtained in MIR indicate that the reproducibility of the analysis is independent of the equipment used. The Principal Component Analysis (PCA) of obtained MIR spectra in the region of 1800-800  $\text{cm}^{-1}$  allowed to observe the separation of the OMA samples according with to the moisture (PC1 negative), sucrose (PC1 positive), and fat (PC3) contents. The PCA performed for the NIR spectra also allowed the separation of samples of OMA concerning the moisture (PC1 positive) and sucrose (PC1 negative) contents, with 90% of the total variance explained by PC1 samples.

This work showed that infrared spectroscopy can be used for a fast and real-time evaluation of the OMA. The spectroscopic signals for the moisture, sucrose, and fat will allow identifying the OMA samples and highlight those that may not be in accordance. This will lead to the reduction of the number of samples to evaluate by the chemical methods and thus make the certification process faster and more efficient.

## **ÍNDICES**





# ÍNDICE

ÍNDICE DE FIGURAS .....	v
ÍNDICE DE TABELAS .....	vii
ABREVIATURAS .....	ix
1. INTRODUÇÃO .....	1
1.1. Ovos Moles de Aveiro .....	3
1.1.1. As Matérias Primas .....	3
1.1.1.1. Gema de ovo .....	3
1.1.1.2. Sacarose .....	5
1.1.1.3. Água.....	6
1.1.2. Fabrico de Ovos Moles de Aveiro .....	8
1.1.2.1. Reações Acastanhamento .....	10
1.1.2.1.1. Reações de caramelização .....	10
1.1.2.1.2. Reações de Maillard .....	11
1.1.3. Indicação Geográfica Protegida .....	12
1.2. Espectroscopia de Infravermelho .....	15
1.2.1. Modos de vibração .....	16
1.2.2. Espectroscopia de Infravermelho Médio (MIR) .....	18
1.2.3. Espectroscopia de Infravermelho Próximo (NIR) .....	18
1.2.4. Espectroscopia de Infravermelho com transformadas de Fourier.....	19
1.2.5. Análise Multivariada – Análise dos componentes principais (PCA) .....	21
1.3. Âmbito do trabalho .....	22
2. MATERIAIS E MÉTODOS .....	23
2.1. Receção das amostras na APOMA .....	25
2.1.1. Análise sensorial .....	25
2.2. Análises Químicas .....	26

2.2.1.	Determinação da atividade da água.....	26
2.2.2.	Determinação do teor de humidade pelo método de secagem .....	26
2.2.3.	Determinação do teor de gordura .....	27
2.2.4.	Determinação do teor de sacarose .....	28
2.2.4.1.	Extração de sacarose .....	28
2.2.4.2.	Quantificação do teor de sacarose .....	28
2.2.4.2.1.	Preparação das soluções padrões .....	29
2.2.4.2.2.	Preparação das soluções da amostra .....	29
2.2.4.2.3.	Aplicação do método fenol ácido sulfúrico .....	29
2.2.5.	Determinação do teor de proteína insolúvel.....	30
2.2.6.	Elaboração do relatório de ensaio para o OC .....	30
2.3.	Análise das Amostras de OMA por espectroscopia de Infravermelho .....	31
2.3.1	Aquisição dos espectros de MIR.....	31
2.3.1.1.	Aquisição de espectros no Equipamento Bruker .....	31
2.3.1.2.	Aquisição de espectros no Equipamento Perkin Elmer Spectrum BX	32
2.3.2.	Aquisição dos espectros de NIR .....	33
3.	RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	35
3.1.	Análises químicas .....	37
3.1.1.	Teor de Humidade .....	40
3.1.2.	$a_w$ .....	40
3.1.3.	Teor de Gordura .....	41
3.1.4.	Teor de Proteína .....	42
3.1.5.	Teor de Sacarose .....	43
3.1.6.	Análise Global dos Resultados.....	44
3.2.	Espectroscopia de Infravermelho .....	46

3.2.1. Espectroscopia de Infravermelho MIR (4000-500 $\text{cm}^{-1}$ ) realizada no equipamento Bruker .....	46
3.2.2. Espectroscopia de Infravermelho MIR (4000-500 $\text{cm}^{-1}$ ) realizada no equipamento Perkin Elmer Spectrum BX .....	49
3.2.3. Espectroscopia de Infravermelho NIR (10000-4000 $\text{cm}^{-1}$ ).....	52
4. CONSIDERAÇÕES FINAIS .....	55
5. BIBLIOGRAFIA .....	59
6. ANEXOS .....	69



## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1: Ovos Moles de Aveiro e as suas diferentes formas de apresentação.....	3
Figura 2: Representação da estrutura de uma lipoproteína .....	4
Figura 3: Estrutura química da sacarose.....	6
Figura 4: Tempo de vida de um alimento em função da atividade da água. ....	7
Figura 5: Esquema representativo da produção de Ovos Moles de Aveiro.....	9
Figura 6: Enolização e formação de HMF.....	10
Figura 7: Primeira etapa da reação de Maillard.....	11
Figura 8: Fase Intermédia da reação de Maillard .....	12
Figura 9: Símbolo da União Europeia para definir Indicação Geográfica Protegida. ....	12
Figura 10: Imagem dos Ovos Moles de Aveiro com Indicação Geográfica Protegida .....	13
Figura 11: Marca de Certificação do produto conferida pela Sagilab.....	13
Figura 12: Logótipo da Associação de Produtores Ovos Moles de Aveiro.....	13
Figura 13: Massa de Ovos Moles de Aveiro .....	14
Figura 14: Hóstia dos Ovos Moles de Aveiro .....	14
Figura 15: Espectro eletromagnético, com destaque para a região do infravermelho. ....	15
Figura 16: Modos de vibração: deformação axial e deformação angular .....	17
Figura 17: Vibrações deformação axial: Simétrica e Assimétrica . ....	17
Figura 18: Diferentes tipos de vibração deformação angular .....	17
Figura 19: Distribuição de ligações na região de MIR.....	18
Figura 20: Principais tipos de bandas de absorção NIR e suas localizações .....	19
Figura 21: Componentes básicos de um espectrofotómetro de infravermelho . ....	20
Figura 22: Representação esquemática de uma célula de ATR.....	21
Figura 23: Montagem de uma extração pelo Método de Soxhlet.....	28
Figura 24: Equipamento de MIR Bruker IFS55. ....	32
Figura 25: Equipamento de MIR Perkin Elmer Spectrum BX.....	32
Figura 26: Equipamento de NIR Perkin Elmer Spectrum 100N .....	33
Figura 27: Gráfico relativo à humidade em função da $a_w$ das amostras de OMA. ....	41
Figura 28: Gráfico relativo à gordura em função de proteína das amostras de OMA.....	43
Figura 29: Gráfico relativo ao parecer das análises químicas de 68 amostras de OMA. ....	44
Figura 30: Gráfico representativo das não conformidades das amostras de OMA .....	45

Figura 31: Espectros de MIR das amostras OMA obtidos na região 4000-500 $\text{cm}^{-1}$ no equipamento Bruker IFS55.....	46
Figura 32: Mapa das contribuições fatoriais dos PC1 e PC3 da região de 1800- 800 $\text{cm}^{-1}$ , no equipamento Bruker IFS55.....	48
Figura 33: Mapa das coordenadas fatoriais do PC1 e PC3, na região 1800- 800 $\text{cm}^{-1}$ , equipamento Bruker IFS55.....	49
Figura 34: Espectros de MIR das amostras de OMA obtidos no equipamento Perkin Elmer Spectrum BX. ....	50
Figura 35: Mapa das contribuições fatoriais de PC1e PC3, da região de 1800-800 $\text{cm}^{-1}$ do equipamento Perkin Elmer Spectrum BX. ....	50
Figura 36: Mapa das coordenadas fatoriais PC1 e PC3, na região 1800-800 $\text{cm}^{-1}$ do equipamento Perkin Elmer Spectrum BX. ....	51
Figura 37: Espectros de NIR das amostras OMA na região de 10000-4000 $\text{cm}^{-1}$ . ....	52
Figura 38: Mapa das contribuições fatoriais dos PC1 e PC2. ....	53
Figura 39: Mapa das coordenadas fatoriais do PC1 e PC2.....	54

## ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1: Perfil dos ácidos gordos presentes na gema de ovo .....	4
Tabela 2: Teor de aminoácidos presentes na fosfovitina e HDL da gema de ovo .....	5
Tabela 3: Resultados obtidos nas análises químicas das amostras OMA.....	38
Tabela 4: Mediana dos parâmetros químicos das amostras de OMA analisadas .....	45





## ABREVIATURAS

$a_w$	Atividade de água
AG	Ácidos Gordos
APOMA	Associação dos Produtores de Ovos Moles de Aveiro
ATR	Reflexão total atenuada
HDL	Lipoproteínas de Alta densidade
HMF	5-Hidroximetil-2-Furfuraldeído
IGP	Indicação Geográfica Protegida
LDL	Lipoproteínas de Baixa densidade
MIR	Infravermelho Médio
MUFA	Ácidos Gordos Monoinsaturados
ND	Não Determinado
NIR	Infravermelho Próximo
OMA	Ovos Moles de Aveiro
OC	Organismo de Certificação
PC	Componente Principal
PCA	Análise em Componentes Principais
PUFA	Ácidos Gordos Polinsaturados
$\bar{x}$	Média
s	Desvio Padrão da amostra



## **1. INTRODUÇÃO**



## 1.1. Ovos Moles de Aveiro

### 1.1.1. As Matérias-primas

Os Ovos Moles de Aveiro (OMA) são um doce tradicional de Aveiro e um símbolo desta região. Trata-se de um produto de origem conventual cuja receita remonta ao século XIX passando de geração em geração até aos dias de hoje [1]. É um doce à base de gema de ovo, açúcar e água, sendo confeccionado de modo tradicional, segundo o *saber fazer* das doceiras [1]. Os OMA são apresentados na forma de barricas de madeira ou de porcelana e também envolvidos em moldes de hóstia com motivos marítimos (conchas, búzios, peixes, etc.) que tão caracterizam a região aveirense (Figura 1) [1].



Figura 1: Ovos Moles de Aveiro e as suas diferentes formas de apresentação [2].

#### 1.1.1.1. Gema de ovo

A gema do ovo da galinha é constituída, em relação à matéria seca, por 65% de lípidos, 31% de proteínas e os restantes 4% devem-se a presença de hidratos de carbono, vitaminas e minerais [3]. Os lípidos da gema de ovo apresentam na sua composição 66% de triacilglicerídeos, 28% de fosfolípidos e 6% de colesterol [4]. O perfil de ácidos gordos da gema de ovo depende essencialmente da alimentação, da idade e raça das galinhas, podendo com isto variar o seu teor na gema [5-7]. Na Tabela 1 estão assinalados o tipo de ácidos gordos (AG), saturados, monoinsaturados (MUFA), poliinsaturados (PUFA) e AG *trans*, existentes na gema de ovo [6]. A composição de AG saturados varia entre AG C<sub>12:0</sub>

(ácido láurico) e AG C<sub>24:0</sub> (ácido lignocérico). Nos MUFA verifica-se a existência de AG C<sub>17:1</sub> (ácido 10-heptadecanóico), C<sub>18:1</sub> (ácido oleico) e C<sub>20:1</sub> (ácido eicosanóico). Já nos PUFA é observada maioritariamente a presença de AG ómega 6 e ómega 3. No caso dos AG *trans* verifica-se a presença de AG C<sub>18:1t</sub> (ácido *trans* oleico); C<sub>18:2t</sub> (ácido *trans* linoleico) e C<sub>18:3t</sub> (ácido *trans* linolénico).

Tabela 1: Perfil dos ácidos gordos presentes na gema de ovo [6].

AG Saturados	AG Monoinsaturados (MUFA)	AG Polinsaturados (PUFA)	AG <i>trans</i>
C <sub>12:0</sub>	C <sub>17:1</sub>	C <sub>18:2</sub> (ω-6)	C <sub>18:1t</sub>
C <sub>14:0</sub>	C <sub>18:1</sub>	C <sub>18:3</sub> (ω-3)	C <sub>18:2t</sub>
C <sub>15:0</sub>	C <sub>20:1</sub>	C <sub>18:4</sub>	C <sub>18:3t</sub>
C <sub>16:0</sub>		C <sub>20:3</sub>	
C <sub>17:0</sub>		C <sub>20:4</sub> (ω-6)	
C <sub>18:0</sub>		C <sub>20:5</sub> (ω-3)	
C <sub>20:0</sub>		C <sub>22:5</sub> (ω-3)	
C <sub>22:0</sub>		C <sub>22:6</sub> (ω-3)	
C <sub>24:0</sub>			

Os lípidos existentes na gema de ovo são maioritariamente lipoproteínas. As lipoproteínas são compostas por proteínas, lípidos neutros e triacilgliceróis agregados por ligações não covalentes (Figura 2) [4].

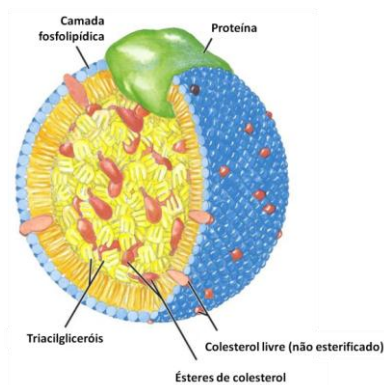


Figura 2: Representação da estrutura de uma lipoproteína [8].

As proteínas presentes na gema de ovo são as lipovitelinas e as lipoviteléninas, lipoproteínas de alta densidade (HDL); e a fosfovítina e a livitina, lipoproteínas de baixa densidade (LDL). As HDL são compostos que apresentam na sua constituição oligossacarídeos de manose, glucose, galactose e ácido siálico. Estas proteínas são

termoestáveis devido à sua parte lipídica, e apresentam um caracter ácido devido ao seu teor em ácido fosfórico e siálico. A fosfovitina é uma glicofosfoproteína, com elevado teor de ácido fosfórico ligado a resíduos de serina. Na Tabela 2 está representado o perfil de aminoácidos das lipoproteínas fosfovitina e HDL. Na fosfovitina é de destacar o elevado teor de serina comparativamente a outros aminoácidos. Nas HDL, verifica-se a presença dos aminoácidos glutamina e glutamato (Glx), asparagina e aspartato (Asx) e Leucina (Leu) como os mais abundantes. A livetina é uma proteína globular solúvel em água.

Tabela 2: Teor de aminoácidos presentes na fosfovitina e HDL da gema de ovo (%mol)[4].

Aminoácido	Fosfovitina	$\alpha$ -Lipoviteline	$\beta$ -Lipoviteline
Gly	2,7	5,0	4,6
Ala	3,6	8,0	7,5
Val	1,3	6,2	6,6
Leu	1,3	9,2	9,0
Ile	0,9	5,6	6,2
Pro	1,3	5,5	5,5
Phe	0,9	3,2	3,3
Tyr	0,5	3,3	3,0
Trp	0,5	0,8	0,8
Ser	54,5	9,0	9,0
Thr	2,2	5,2	5,6
Cys	0,0	2,1	1,9
Met	0,5	2,6	2,6
Asx	6,2	9,6	9,3
Glx	5,8	11,4	11,6
His	4,9	2,2	2,0
Lys	7,6	5,7	5,9
Arg	5,3	5,4	5,6

A gema de ovo de amostras cruas e cozinhadas possui tirosina e triptofano como aminoácidos livres, que contribuem para a sua atividade antioxidante. Os aminoácidos mais abundantes da gema de ovo são a arginina, a lisina e ácido glutâmico [9].

#### 1.1.1.2. Sacarose

A sacarose é o principal constituinte do açúcar. Trata-se de um dissacarídeo formado por resíduos de  $\alpha$ -D-glucose e  $\beta$ -D-frutose. Estas unidades apresentam-se ligadas por uma ligação glicosídica estabelecida entre o carbono anomérico 1 da glucose e o



carbono anomérico 2 da frutose, o que lhe confere um caráter não redutor (Figura 3) [4, 10].

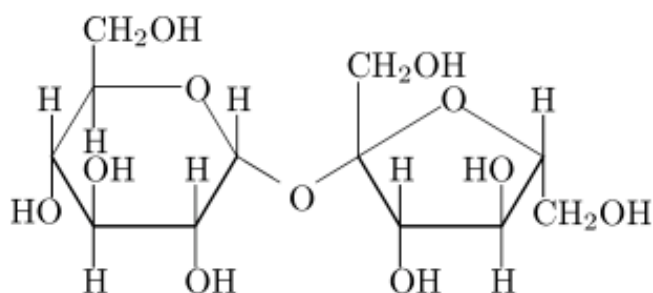


Figura 3: Estrutura química da sacarose[11].

### 1.1.1.3. Água

A água é composta por dois átomos de hidrogénio e um de oxigénio, ligados por ligações covalentes. Esta ligação é formada através da partilha de um par de eletrões entre cada átomo de hidrogénio e o oxigénio. As ligações de pontes de hidrogénio são estabelecidas quando o núcleo positivo do átomo de hidrogénio atrai os eletrões não compartilhados de uma molécula de oxigénio vizinha. Isto possibilita a formação de pontes de hidrogénio entre moléculas de água e também com outras moléculas. Esta característica permite definir a disponibilidade da água num alimento [12].

A disponibilidade da água nos alimentos interfere com o crescimento dos microrganismos. A atividade da água ( $a_w$ ) é o parâmetro que representa a quantidade de água livre, não ligada a outras moléculas constituintes, disponível no alimento. Esta é medida através da razão entre a pressão de vapor de água nos alimentos ( $p$ ) e a pressão de vapor da água no estado puro ( $p_0$ ), à mesma temperatura (Equação 1). O valor máximo de  $a_w$  é 1, valor de água em estado puro [12-14].

$$a_w = \frac{p}{p_0} \quad (\text{Equação 1})$$

A Figura 4 mostra a influência da  $a_w$  ao nível do desenvolvimento microbiano, oxidação; acastanhamento não enzimático, razões que afetam o estado de deterioração e o tempo de vida de um produto. Esta característica define o período de tempo, desde a sua conceção até a data em que o produto se torne inaceitável para o consumidor em termos de características físico-químicas indesejáveis e microbiológicas [15].

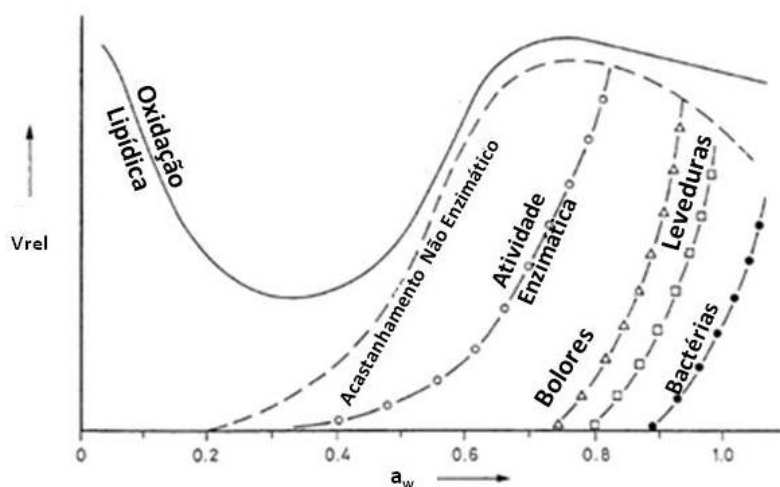


Figura 4: Tempo de vida de um alimento em função da atividade da água[4].

A nível microbiológico, verifica-se o desenvolvimento de microrganismos para valores de  $a_w$  superiores a 0,7. O crescimento de bolores é favorecido para valores de  $a_w$  a partir de 0,75; seguido do desenvolvimento de leveduras a 0,8. A formação de bactérias ocorre quando são atingidos valores elevados de  $a_w$  de 0,9 [4, 16]. Deste modo, para alimentos que apresentem valores de  $a_w$  entre 0,6 e 0,7, são considerados estáveis microbiologicamente, devendo ser assegurada a segurança microbiológica para valores superiores de  $a_w$ . No caso específico dos OMA, os valores de referência estipulados pelo caderno de especificações dos OMA, são compreendidos entre 0,838 e 0,890, devendo ser considerada a possibilidade de desenvolvimento de leveduras neste produto[1].

Quanto ao processo de oxidação lipídica, a água presente na matriz de um alimento pode afetar a estabilidade dos lípidos. Verifica-se que para valores de  $a_w$  entre 0,2 e 0,3, a velocidade deste tipo de reações é baixa. Quando os valores  $a_w$  são muito próximos de zero, estado desidratado, a velocidade destas reações aumenta devido a formação de canais na matriz como consequência da eliminação da água. Esta ocorrência permite que a migração do oxigénio seja favorecida, levando à oxidação de outros constituintes dos alimentos, tais como açúcares e proteínas, o que interfere com as propriedades sensoriais do produto, tais como o desenvolvimento do ranço e compostos responsáveis pela formação de *off flavours*. Para valores de  $a_w$  superiores a 0,3 é observado, novamente, um

aumento da velocidade das reações de oxidação lipídica, resultado do favorecimento da atividade enzimática [17].

Para valores de  $a_w$  entre 0,2 e 0,4 os alimentos são estáveis a nível microbiológico o que permite que o tempo de vida de um produto seja elevado. Contudo, a partir de valores de  $a_w$  superiores a 0,2, as reações de acastanhamento não enzimático estão favorecidas.

### **1.1.2. Fabrico de Ovos Moles de Aveiro**

A receita da massa dos OMA consiste na adição das gemas de ovos a uma calda de açúcar, que é confeccionada por fervura da água com o açúcar até atingir o ponto certo. Seguidamente, a massa é cozida, arrefecida e deixada em repouso. Dependendo do tipo de apresentação que se pretenda, poderá ser colocada em formas de hóstia ou em barrica. Os OMA em forma de hóstia são colados, prensados e depois separados com uma tesoura. Estes podem ser cobertos com uma calda de açúcar seguidos de secagem em estufa, ou podem ser acondicionados. Os OMA estão assim prontos para ser comercializados (Figura 5).

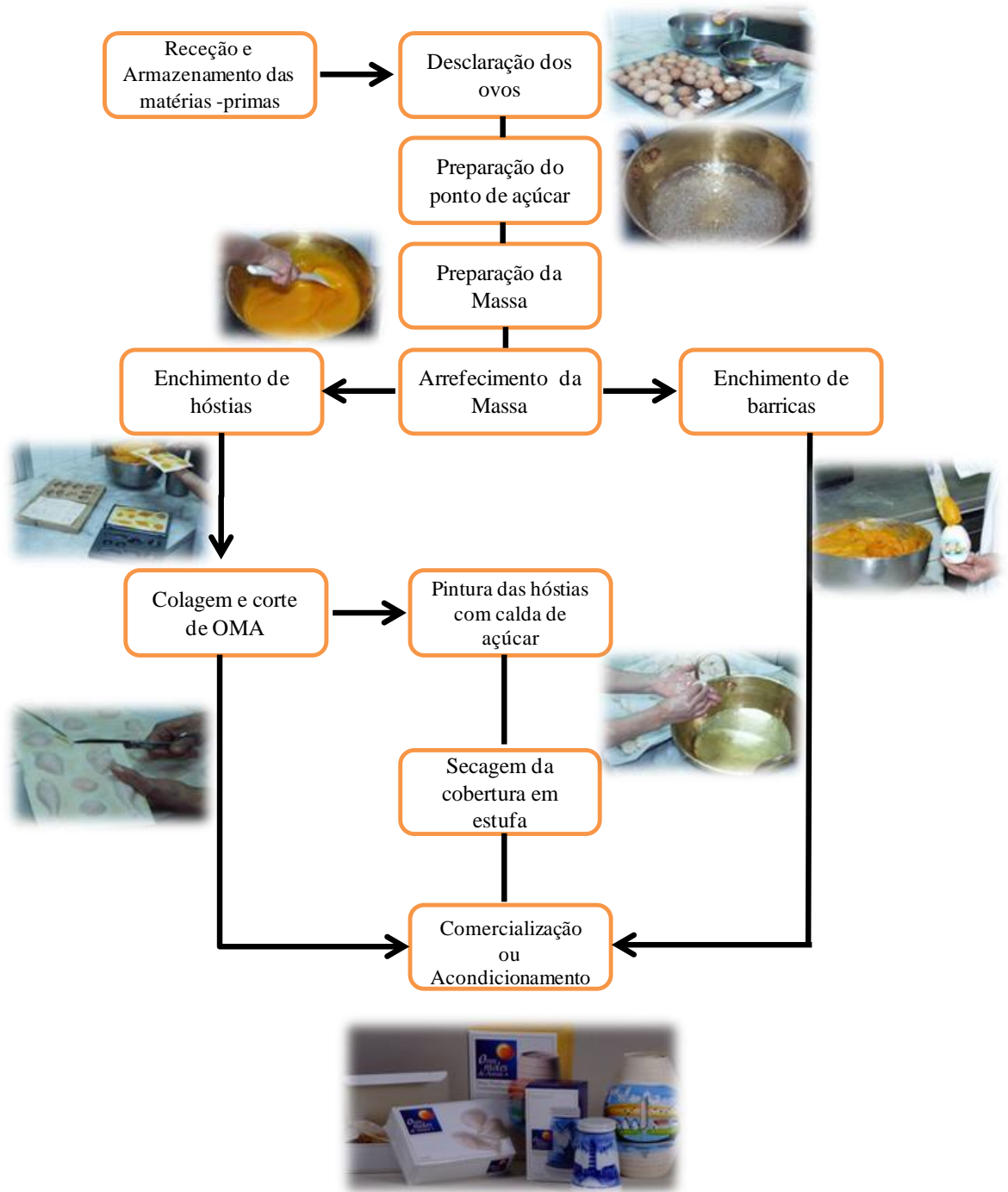


Figura 5: Esquema representativo da produção de Ovos Moles de Aveiro adaptado de APOMA [1].

Durante a confeção deste produto são observadas várias alterações físico-químicas e bioquímicas resultantes da ação conjunta do calor e transferência de massa, tais como alterações de volume, evaporação da água e reações de acastanhamento.

As reações de acastanhamento compreendem um conjunto de reações químicas não enzimáticas durante as quais são produzidos compostos com cor durante o processo de confeção do produto. Para além da cor, as propriedades sensoriais como o aroma e *flavour*

são resultado deste tipo de reações, e o seu desenvolvimento é imprescindível para indústria pasteleira. Ainda, este tipo de reações dependem principalmente da temperatura e da atividade da água, teor de água disponível para reações químicas, entre outras, nos alimentos. Podem ser de dois tipos: reações de caramelização e reações de Maillard, cuja diferença está na presença de compostos nitrogenados nestas reações [18].

### 1.1.2.1. Reações Acastanhamento

#### 1.1.2.1.1. Reações de caramelização

As reações de caramelização são influenciadas pelo pH, sais, outros açúcares tais como glucose e frutose e pela concentração de sacarose. A primeira fase da reação de caramelização dá-se com a hidrólise da sacarose, durante a qual se verifica a abertura do anel hemiacetal, consequência da quebra da ligação glicosídica. Os produtos da reação, glucose e frutose, sofrem enolização, levando a formação do composto intermediário 1,2-enodiol. Em meio ácido, a reação de desidratação deste composto é favorecida, o que conduz a produção de compostos derivados do furano, tais como o 5-hidroxi-metil-2-furfuraldeído (HMF) e 2-furfuraldeído. (Figura 6)

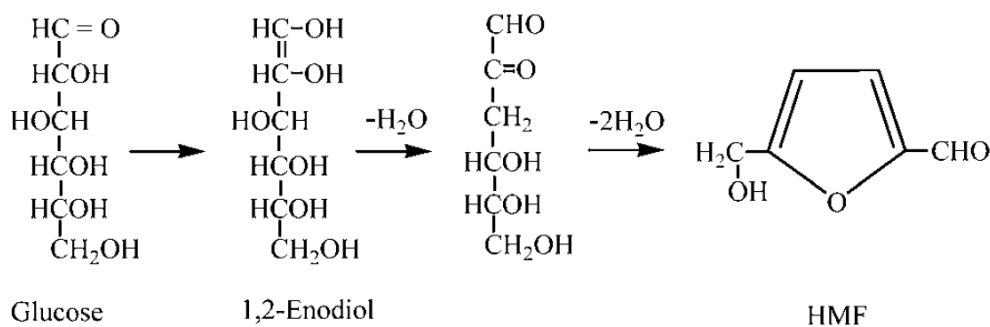


Figura 6: Enolização e formação de HMF[4].

A presença de oxigênio favorece a caramelização através de reações de clivagem oxidativa que origina ácidos orgânicos, como por exemplo ácido acético e fórmico, promovendo a reação de enolização dos açúcares. Estes compostos reagem para produzir polímeros castanhos e compostos responsáveis pelo aroma, tais como os compostos derivados do furano [18-20].

### 1.1.2.1.2. Reações de Maillard

As reações de Maillard surgem em maior extensão quando o preparado da calda de açúcar juntamente com as gemas de ovo é cozido a uma temperatura de 110°C, levando à reação entre as proteínas da gema de ovo e os açúcares da calda. Numa fase inicial, dá-se a condensação dos grupos amina primários de aminoácidos, péptidos ou proteínas com o grupo carbonilo dos açúcares redutores (glucose e frutose), com perda de uma molécula de água [20]. Ainda, relativamente aos grupos amina, a reação preferencial com aminas primárias deve-se ao facto destes compostos estarem presentes em maior concentração nos alimentos, comparativamente às aminas secundárias, logo são mais suscetíveis de serem utilizadas. Quanto às proteínas, a reação com o grupo ε-amino do aminoácido lisina é favorecida [4]. Esta reação leva a formação de uma base de *Schiff* (glicosilamina N-substituída) que sofre um rearranjo do qual resultam os produtos de *Amadori* (1-amino-1-desoxi-2-cetose). Estes produtos são precursores de inúmeros compostos específicos de aroma, *flavour* e polímeros castanhos, que podem funcionar como indicador de qualidade, uma vez que são formados antes das alterações sensoriais se manifestarem (Figura 7).

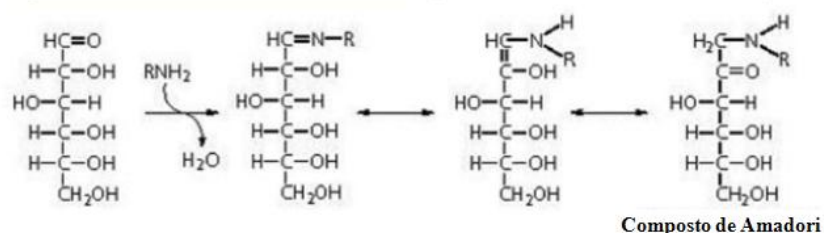


Figura 7: Primeira etapa da reação de Maillard (Adaptado de [21]).

Na fase intermédia das reações de Maillard ocorre a quebra dos produtos de Amadori e a produção dos compostos de degradação, intermediários reativos (3-desoxiglucosona) e compostos voláteis (formação de *flavour*). Como resultado da degradação do composto desoxiglucosona, são gerados novos produtos de reação como HMF e outros derivados do furano. Por fim, estes compostos altamente reativos, por reações de condensação e polimerização, originam polímeros castanhos, compostos aromáticos e melanoidinas. A ligação deste último, com proteínas através dos grupos ε-amino dos aminoácidos lisina e arginina, permitem produzir melanoidinas coloridas [18-20] (Figura 8).

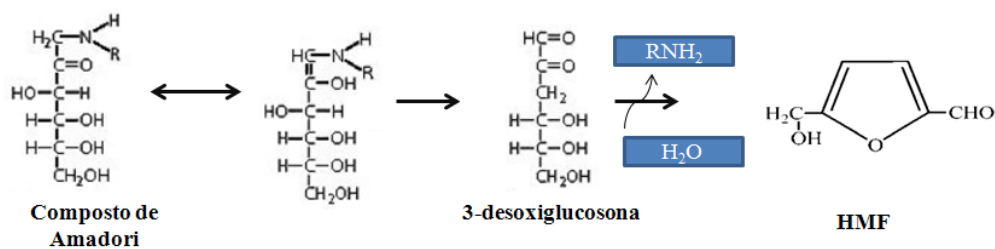


Figura 8: Fase Intermédia da reação de Maillard (Adaptado de [21]).

### 1.1.3. Indicação Geográfica Protegida

Os Ovos Moles de Aveiro são o primeiro produto de origem conventual a ser protegido pela Comissão Europeia, através uso de Indicação Geográfica Protegida (IGP), distinguindo desta forma a qualidade deste produto regional. Segundo o Regulamento (CE) N° 510/2006 [22], designa-se *Indicação Geográfica*, “o nome de uma região, de um local determinado, ou em casos excepcionais, de um país, que serve para designar um produto agrícola ou género alimentício :

- originário dessa região, desse local determinado ou desse país, e
- cuja a reputação, determinada qualidade ou outra característica podem ser atribuídas a essa origem geográfica, e
- e cuja produção e/ou transformação e/ou elaboração ocorrem na área geográfica delimitada.” (Figura 9).



Figura 9: Símbolo da União Europeia para definir Indicação Geográfica Protegida [23].

De forma a beneficiar da Indicação Geográfica Protegida, os produtores de Ovos Moles de Aveiro seguem um conjunto de características e requisitos estabelecidos no Caderno de Especificações e Obrigações dos Ovos Moles de Aveiro, elaborado de acordo com o Regulamento (CEE) N° 2081/92, revogado pelo Reg. (CE) n° 510/2006. Neste

caderno é apresentada a definição do produto; o modo de produção; as suas características físico-químicas, sensoriais e microbiológicas; a delimitação da área geográfica; e a sua relação com o meio geográfico[1] (Figura 10).



Figura 10: Imagem dos Ovos Moles de Aveiro com Indicação Geográfica Protegida [1].

Para além disso, estes produtores estão ainda sujeitas à avaliação/controlo de qualidade do seu produto perante um Organismo de Certificação (OC), a Sagilab, (Figura 11).



Figura 11: Marca de Certificação do produto conferida pela Sagilab [24].

A gestão deste produto com IGP é realizada pela Associação dos Produtores de Ovos Moles de Aveiro – APOMA. É esta entidade que garante que os produtores de ovos moles cumpram com os critérios estabelecidos, autorizando com isso a utilização de Indicação Geográfica Protegida (Figura 12).



Figura 12: Logótipo da Associação de Produtores Ovos Moles de Aveiro[25]



Segundo o *Caderno de Especificações e Obrigações dos Ovos Moles de Aveiro*, são considerados verdadeiros OMA, as massas que apresentarem a seguinte composição química [1].

**% Humidade** =  $29 \pm 3$

**%Matéria Gorda** =  $17 \pm 3$

**%Proteína Insolúvel** =  $4,2 \pm 1,1$

**%Açúcar** =  $41 \pm 5$

**Atividade de água** =  $0,864 \pm 0,026$

A presença de amido, corantes ou conservantes não é permitida.

A nível sensorial a massa dos OMA apresentam as seguintes características [1]:

- **Cor:** homogénea, que varia entre tons de amarelo a laranja.
- **Brilho:** uniforme, e não muito intenso.
- **Sabor:** doce, identificando o sabor característico do cozimento da gema de ovo com açúcar.
- **Aroma:** complexo, característico de aromas a base de caramelo, canela e frutos secos.
- **Consistência:** cremosa, mas firme.
- **Textura:** uniforme, sem a presença de grânulos de açúcar ou de gema de ovo.



Figura 13: Massa de Ovos Moles de Aveiro [1]

Relativamente, à hóstia é esperado [1]:

- **Cor:** homogénea, opaca, com tonalidades entre o branco e o creme.
- **Brilho:** baço.
- **Sabor:** hóstia.
- **Consistência:** plástica e quebradiça.
- **Textura:** seca, lisa e uniforme.



Figura 14: Hóstia dos Ovos Moles de Aveiro[1]

## 1.2. Espectroscopia de Infravermelho

A espectroscopia de infravermelho é uma metodologia muito útil no que se refere à determinação dos constituintes, em simultâneo, de uma amostra de matriz complexa. Esta técnica, comparativamente aos métodos químicos convencionais, apresenta várias vantagens na medida em que se trata de um método rápido e simples e não destrutivo. Não requer o uso de solventes e nem sempre necessita de qualquer tipo de pré-tratamento da amostra. Nesta técnica a quantidade de amostra a utilizar é mínima [26]. Apesar de nem sempre conseguir fornecer informação definitiva sobre a composição de uma dada amostra, a espectroscopia de infravermelho pode ser utilizada como uma metodologia de deteção de adulterações em produtos alimentares [27-31], possibilitando assim o controlo da qualidade do produto ou mesmo a monitorização do processo de produção [32-34]. Desta forma, a espectroscopia de infravermelho pode ser utilizada em análises de rotina, como alternativa aos métodos de análise química mais demorados [26].

No espectro eletromagnético é possível localizar a região do infravermelho entre a região do visível e a região de micro-ondas. Ainda na região do infravermelho são distinguidas três regiões: o Infravermelho Próximo (*Near Infrared – NIR*), Infravermelho Médio (*Mid Infrared – MIR*) e o Infravermelho Longínquo (*Far Infrared – FIR*) (Figura 15).

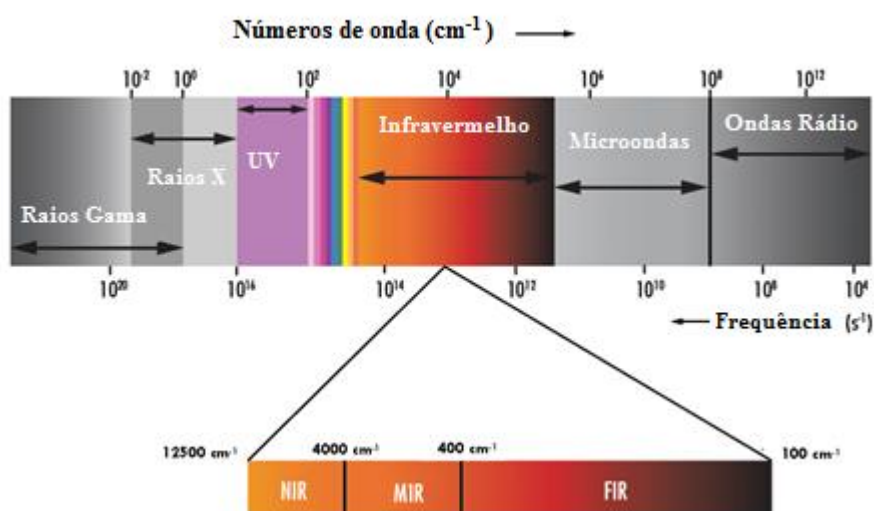


Figura 15: Espectro eletromagnético, com destaque para a região do infravermelho (Adaptado de [35]).

A análise de infravermelho permite a identificação de compostos a partir das frequências de vibração das ligações químicas entre os átomos das moléculas. A absorção

da radiação é observada quando a frequência da radiação infravermelha é igual à frequência vibracional da molécula [26]. Para que uma dada molécula tenha a capacidade de absorver a radiação infravermelha é necessário a alteração do seu momento dipolar. No caso de moléculas diatómicas homonucleares (por exemplo: H<sub>2</sub> ou O<sub>2</sub>), como o seu momento dipolar é zero, não há absorção da radiação infravermelha e, conseqüentemente, a sua identificação não é possível. Em suma, é possível identificar moléculas heteronucleares através dos seus movimentos vibracionais que levam a alteração do momento dipolar, induzindo na absorção da radiação [36].

As bandas de absorção de um dado composto apresentam um determinado padrão de radiação no infravermelho que é ilustrado através de um espectro. Estas bandas, quando localizadas em determinadas regiões do espectro, exibem uma frequência de vibração característica de mais do que uma ligação ou grupo funcional. A frequência de um dado grupo interfere com as bandas cujo aumento é proporcional ao aumento da sua intensidade [37]. Para além disso, a intensidade é influenciada pela natureza e polaridade da ligação entre os átomos. Isto significa que em moléculas com o grupo C=O, ligação constituída por átomos diferentes e de elevada polaridade, a intensidade da banda é significativamente maior relativamente à banda de absorção de C=C, na região do MIR. Por outro lado, a massa dos átomos interfere com a frequência de vibração, onde as ligações entre átomos mais leves apresentam uma maior frequência de vibração, enquanto em ligações entre átomos mais pesados as frequências são mais baixas. A título de exemplo, verifica-se que a ligação C-H apresenta maior frequência de vibração (3000 cm<sup>-1</sup>) do que as ligações C-O (1100 cm<sup>-1</sup>) e C-Cl (800 cm<sup>-1</sup>) e C-Br (550 cm<sup>-1</sup>). A frequência de vibração também varia consoante o tipo de ligação, sendo que nas ligações duplas a frequência de vibração é mais elevada (C=C a 1650 cm<sup>-1</sup>) do que nas simples (C – C a 1200cm<sup>-1</sup>) [38].

### **1.2.1. Modos de vibração**

Os modos de vibração adotados pelos átomos de um determinado composto dependem do tipo de átomos e da força de ligação entre eles. São caracterizados dois modos de vibração: a deformação axial (*stretching*) e a deformação angular (*bending*). O

primeiro caracteriza alterações no comprimento da ligação, e o segundo, no ângulo de ligação (Figura 16).

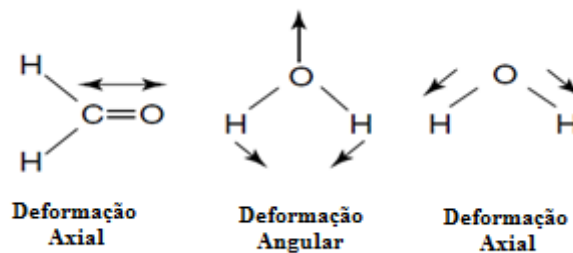


Figura 16: Modos de vibração: deformação axial e deformação angular [26].

Em algumas ligações de deformação axial podem ainda ser definidas como assimétricas ou simétricas (Figura 17).

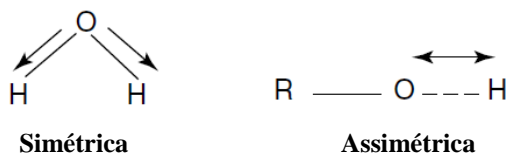


Figura 17: Vibrações deformação axial: Simétrica e Assimétrica [26].

No caso das ligações de deformação angular estas podem ser classificadas em quatro tipos de modos vibracionais: deformação (*deformation*), balanço (*rocking*), “sacudir” (*wagging*) e torção (*twisting*) (Figura 18).

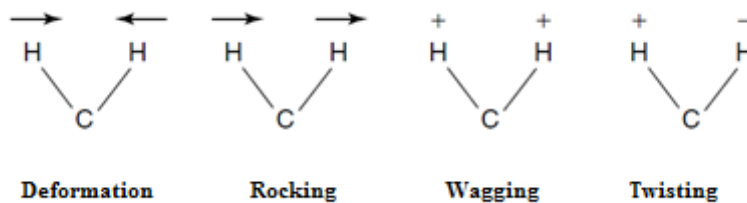


Figura 18: Diferentes tipos de vibração deformação angular [26].

### 1.2.2. Espectroscopia de Infravermelho Médio (MIR)

A região do MIR localiza-se entre o 4000 e 400  $\text{cm}^{-1}$ , e pode ser dividida em quatro regiões (Figura 19):

- 4000-2500  $\text{cm}^{-1}$  região de deformação axial de X-H;
- 2500-2000  $\text{cm}^{-1}$  região das ligações triplas;
- 2000-1500  $\text{cm}^{-1}$  região das ligações duplas;
- 1500-400  $\text{cm}^{-1}$  região de *finger print*.

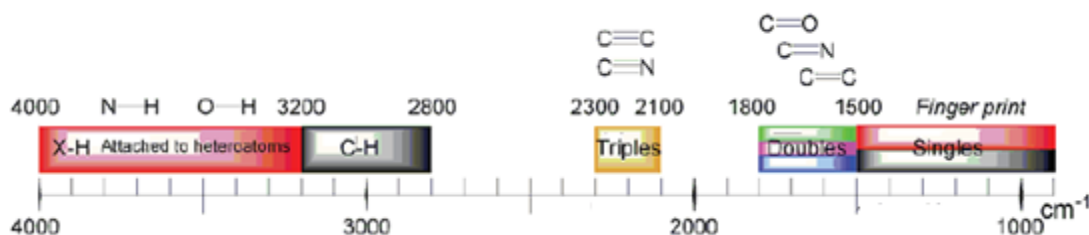


Figura 19: Distribuição de ligações na região de MIR[39].

Na região de *finger print*, o espectro obtido é usado como *impressão digital* de uma dada amostra. Isto deve-se ao facto de nesta região as bandas de absorção serem causadas por vibrações da cadeia principal e de deformação angular, que são sensíveis a alterações de elevadas frequências, facilitando com isso a identificação de grupos funcionais específicos até então ambíguos [40]. A espectroscopia de MIR pode ser aplicada em vários campos da indústria alimentar, como por exemplo a quantificação de constituintes, qualidade de produtos e ingredientes alimentares; identificação de substâncias e autenticação dos produtos.

### 1.2.3. Espectroscopia de Infravermelho Próximo (NIR)

No espectro de infravermelho, a região do infravermelho próximo (NIR) situa-se entre 13000 a 4000  $\text{cm}^{-1}$  (750 a 2500 nm). Nesta região são observadas sobreposições (*overtones*) ou combinações das bandas de deformação axial da região de 3000 a 1700 nm. As ligações que são reconhecidas nessa região são, geralmente, as ligações C-H, N-H e O-H [41] (Figura 20).

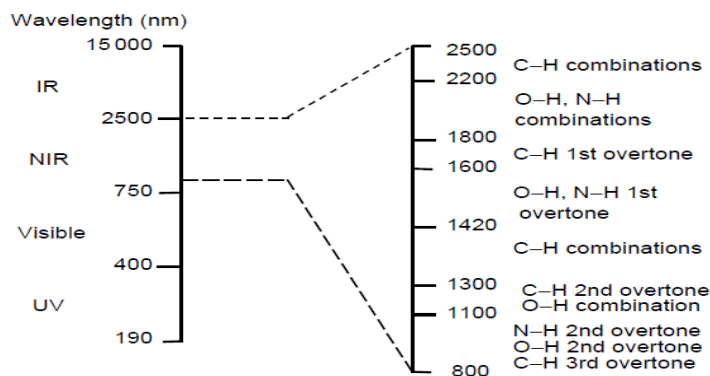


Figura 20: Principais tipos de bandas de absorção NIR e suas localizações [41].

Comparativamente às bandas de MIR correspondentes às vibrações fundamentais de deformação axial e deformação angular, as bandas de NIR apresentam uma fraca intensidade, sendo que esta, geralmente, diminui cerca de 10 vezes para a banda de sobreposição seguinte. Para além disso, os espectros são difíceis de analisar devido à sobreposição das bandas.

A espectroscopia de NIR, geralmente, é mais adequada para análises quantitativas, pois podem ser observadas diferenças importantes entre os grupos funcionais de uma dada amostra [26].

#### 1.2.4. Espectroscopia de infravermelho

O espectralfotómetro de infravermelho é um dos instrumentos utilizados na espectroscopia de infravermelho. Este baseia-se no interferómetro de Michelson, no qual a radiação proveniente da fonte é dividida em dois feixes pelo divisor, sendo que um dos quais é transmitido para um espelho fixo, e o outro refletido por um espelho móvel. Os dois feixes são posteriormente recombinados no divisor de feixe. A alteração da posição do espelho móvel em relação ao espelho fixo gera uma interferência, construtiva ou destrutiva. A radiação resultante passa pela amostra, seguindo para o detetor, onde serão obtidos vários interferogramas [26].

A interpretação dos dados recolhidos no interferograma é muito complexa, sendo esta informação convertida num espectro, onde é relacionada a intensidade dos sinais com as respetivas frequências, através da aplicação de uma função matemática, as transformadas de Fourier. O espectro pode ser convertido num espectro de absorvância em função da frequência [14] (Figura 21).

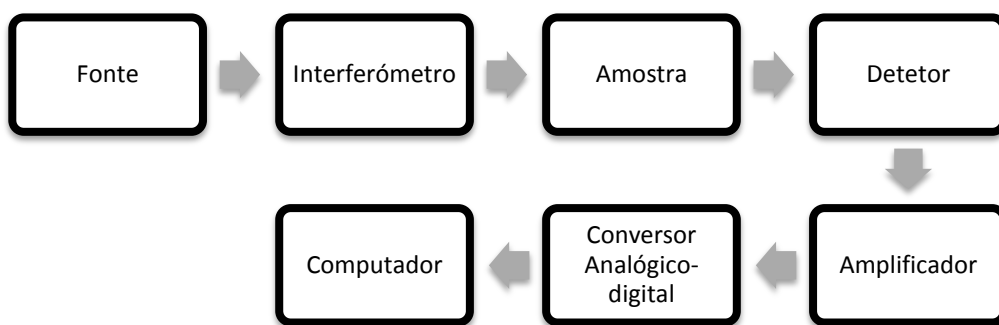


Figura 21: Componentes básicos de um espectrofotômetro de infravermelho [26].

A espectroscopia de infravermelho é uma mais-valia na obtenção de espectros com elevada sensibilidade de forma rápida [26]. A dificuldade de análise de algumas amostras potenciou o desenvolvimento de métodos de reflexão, tais como o método reflexão total atenuada (*Attenuated total reflection* - ATR) [26]. Este método baseia-se no fenómeno da reflexão interna total e consiste na colocação de uma amostra em contacto direto com a superfície horizontal de um cristal com elevado índice de refração [26]. Para além do elevado índice de refração, os cristais devem apresentar fraca solubilidade em água. Os cristais produzidos a partir diamante, seleneto de zinco (ZnSe) e germânio, são alguns dos utilizados por esta técnica [26, 40]. Este método permite a medição das alterações de intensidade que ocorrem quando um feixe de radiação infravermelha entra em contacto com amostra, o que, conseqüentemente, leva à reflexão total interna da radiação no cristal [40]. Uma onda estacionária, onda evanescente, é criada no ponto de cada reflexão, permitindo a sua penetração na amostra, interação e perda de energia, em determinadas frequências onde o material absorve. A radiação atenuada é medida, e utilizada pelo espectrofotômetro como uma função de número de onda, traduzindo-se na formação do espectro característico da amostra [26, 40] (Figura 22). Deve existir um bom contacto entre a amostra e a superfície do cristal de forma a garantir uma eficiente recolha dos dados espectrais. A profundidade de penetração da onda evanescente na amostra depende do ângulo de incidência da radiação, dos índices de refração do cristal e da amostra, e da frequência de infravermelho [40].

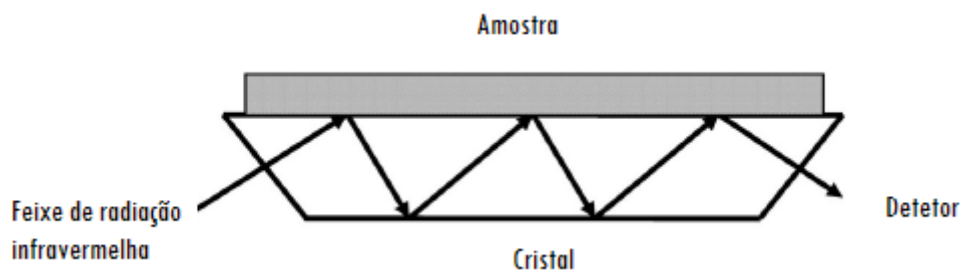


Figura 22: Representação esquemática de uma célula de ATR [40].

### 1.2.5. Análise Multivariada – Análise dos componentes principais (PCA)

O processamento de dados químicos é de uma tarefa complexa e por vezes de difícil compreensão, especialmente quando o número de dados e variáveis ou parâmetros a ter em conta são elevados. A quimiometria é uma metodologia que tem vindo a ser amplamente utilizada nas diversas áreas da química. Esta metodologia consiste na aplicação de análise matemática multivariada a dados de origem química, possibilitando a relação entre os resultados obtidos e as variáveis de estudo, e com isto facilitar a sua interpretação [42].

Na espectroscopia de infravermelho, os dados obtidos nos espectros são muito complexos tornando necessário o recurso à análise quimiométrica. Os dados são então relacionados com as variáveis em estudo podendo ser transformados em informação qualitativa, quantitativa, o que possibilita a interpretação dos mesmos [26, 42].

A análise em componentes principais (*Principal Component Analysis – PCA*) é uma das técnicas empregues na análise multivariada que consiste na transformação de um conjunto de variáveis iniciais por combinações lineares, num outro conjunto de variáveis independentes/ortogonais de menor dimensão, ao qual se dá o nome de componentes principais (PC). Desta forma, é possível reduzir o número de dimensões a analisar extraíndo a informação mais relevante de forma rápida e eficiente, sem que ocorra perda significativa de informação [43].

Numa amostragem, os resultados obtidos por esta análise são organizados graficamente nos mapas das coordenadas fatoriais (*scores*) e contribuições fatoriais (*loadings*). Os mapas das coordenadas fatoriais são referentes aos PC no que diz respeito às amostras a analisar, criando um padrão ou *cluster* (agrupamento) de dados e deteção de amostras atípicas. Já os mapas das contribuições fatoriais relacionam as variáveis de estudo



com os PC. A interpretação conjunta dos mapas das contribuições e coordenadas fatoriais permite identificar as diferenças e semelhanças existentes entre as amostras no *cluster* com base na influência da variável reconhecida pelas PCAs [26, 43].

No âmbito deste trabalho serão realizados PCAs das amostras de OMA de forma a reconhecer um padrão nos dados obtidos para os parâmetros água, sacarose e gordura, que são os componentes maioritários nas amostras de OMA.

### 1.3. Âmbito do trabalho

O plano de controlo da certificação dos Ovos Moles de Aveiro – IGP está dividido em inspeções e ensaio. Os ensaios incluem controlos microbiológicos, químicos e sensoriais. A avaliação química é efetuada na Universidade de Aveiro, por subcontratação do OC.

O plano analítico das amostras de OMA é realizado segundo um procedimento sequencial de análises químicas em conjunto com análises sensoriais.

A espectroscopia de infravermelho apresenta potencial para análises de rotina em tempo real. Esta metodologia poderá complementar as análises químicas na determinação das não conformidades, sendo uma mais-valia para o processo de certificação.

Desta forma, o presente trabalho, enquadrado num estágio em ambiente empresarial realizado na APOMA, teve os seguintes objetivos:

- a) Apoio à APOMA no que concerne à preparação das provas de análise sensorial a realizar na sala de prova desta instituição.
- b) Participação no painel de provadores de OMA.
- c) Realização das análises químicas das amostras de OMA fornecidas pelo OC.
- d) Análise das amostras de OMA por espectroscopia de infravermelho médio e próximo.
- e) Interpretação da análise dos componentes principais dos espectros de infravermelho, para elaboração de um modelo para possível identificação de não conformidades nas amostras de OMA relativas aos parâmetros humidade, atividade de água, gordura, sacarose e proteína.

## **2. MATERIAIS E MÉTODOS**



## **2.1. Receção das amostras na APOMA**

O controlo químico iniciou-se pela entrega das amostras de OMA responsabilidade do OC (Sagilab), estando esta responsável pela amostragem, garantia de preservação e integridade das mesmas.

As amostras de OMA foram recolhidas pelo responsável técnico do OC que as entregou à APOMA. As amostras apresentavam-se codificadas com um código de 3 dígitos, descrito na nota de entrega do OC, juntamente com a data de produção e colheita das amostras.

O responsável pelas análises químicas da Universidade de Aveiro recebeu as amostras e a nota de entrega na APOMA, para dar início as análises químicas começando pela determinação da atividade da água da amostra fresca.

Na universidade, o protocolo de análise foi iniciado pela determinação da humidade da amostra fresca de OMA. As amostras, que não foram analisadas nesse mesmo dia, pelo procedimento sequencial químico, foram congeladas numa arca à temperatura de -20°C.

Foram entregues à APOMA/Universidade de Aveiro, um total de 68 amostras de OMA que foram analisadas a nível sensorial e químico.

### **2.1.1. Análise sensorial**

Todas as amostras de OMA foram analisadas a nível sensorial através da utilização de uma ficha de prova elaborada pela APOMA para o efeito. As provas foram realizadas por um painel de provadores com experiência com o produto. O painel era constituído por 8-10 pessoas.

As amostras foram preparadas para o efeito, na sala de preparação de amostra, anexa a sala de prova, a uma temperatura não superior a 20°C. Estas foram colocadas em copos descartáveis de cor inerte – branco, dispostas com os respetivos códigos do produto acompanhados com uma colher também descartável de cor inerte. A quantidade de amostra preparada foi sensivelmente a correspondente à quantidade de um ovo mole na respetiva hóstia.

A prova decorreu na sala de prova, com a preparação das cabines para cada provador. Cada provador recebeu 1 amostra de cada produtor, sendo-lhe dada a referência da data de confeção da amostra assim como 1 ficha de prova (Anexo A). A amostra foi servida à temperatura normal de consumo, ou seja, à temperatura ambiente.

## 2.2. Análises Químicas

### 2.2.1. Determinação da atividade da água

A atividade da água nos OMA foi medida utilizando o higrómetro, cedido pela empresa associada à APOMA, a Fabridoce. As amostras frescas foram homogeneizadas e colocadas em células de medição do equipamento com leitura dos valores de temperatura e  $a_w$ , sendo o ensaio realizado em triplicado.

### 2.2.2. Determinação do teor de humidade pelo método de secagem

O teor de humidade das amostras de OMA foi determinado por diferença de massas da amostra “húmida”, amostra no estado normal, e amostra seca. A análise efetuada consistiu na secagem da caixa de pesagem, com tampa, com cerca de 2 g de areia, previamente tratada, durante 30 minutos a 105 °C, seguido do seu arrefecimento num exsiccador, após o qual foi pesada a massa do conjunto. Seguidamente, à caixa adicionou-se aproximadamente 3 g de massa de OMA, tendo-se homogeneizado muito bem com areia e pesado rigorosamente o conjunto. Secou-se o conjunto à estufa (Binder) a uma temperatura de 105 °C durante um mínimo de 6 h. Depois deste período, as caixas foram retiradas fechadas da estufa para um exsiccador com pentóxido de sódio onde arrefeceram, sendo pesadas rigorosamente. O processo de secagem/arrefecimento na estufa é repetido até se atingir um peso constante. O ensaio realizado é efetuado em triplicado.

O teor de humidade, expresso em percentagem, é dado pela seguinte fórmula:

$$\% \text{Humidade} = \frac{P-P'}{P-p} \times 100 \quad (\text{Equação 2})$$

Sendo:

- p - peso da cápsula (g),
- P - peso da caixa de pesagem com a toma (g),
- P' - peso da cápsula com a toma depois da secagem de 10 horas (g).

Toma-se como resultado a média aritmética de três determinações, arredondando às décimas (adaptado de [44-46])

### 2.2.3. Determinação do teor de gordura

Para a determinação dos teores de gordura, sacarose e proteína das amostras de OMA recorreu-se a um procedimento sequencial de análises químicas. Desta forma, começou-se por separar a matéria gorda dos OMA através de uma extração soxhlet (Figura 23), sendo os cartuchos utilizados feitos de papel de filtro (dimensões 12 x 5 cm com porosidade 0,72 mm).

Os cartuchos de papel foram pesados rigorosamente, tendo-se espalhado cerca de 3 g de massa de OMA, previamente homogeneizada. O solvente extrator utilizado foi uma mistura de solventes orgânicos clorofórmio/metanol (2:1,v:v) colocado em balões de fundo redondo (balão A) (150 mL) com reguladores de ebulição. As amostras foram sujeitas à extração durante 5 h num banho de água termostaticado a 80 °C.

No final da extração, o cartucho foi removido do extrator de soxhlet e deixado a evaporar ao ar. O balão A apresentou um precipitado e o extrato foi depois decantado para outro balão (B). O balão A ficou guardado para posterior utilização, enquanto a solução do balão B foi evaporada até a secura a uma temperatura não superior a 40 °C. Ao balão B adicionou-se 15 mL de éter de petróleo destilado tendo-se agitado para dissolução da matéria gorda. Esta solução foi transferida para dois tubos de ensaio roscados e centrifugada a 4000 rpm durante 5 minutos. Seguidamente, o sobrenadante foi depois transferido para um balão de fundo redondo (C), previamente pesado com precisão à décima de miligrama. A lavagem do balão B e centrifugação das respetivas soluções foi repetida duas vezes, sendo o sobrenadante adicionado ao balão C. O resíduo dos tubos de ensaio foi lavado com éter de petróleo, centrifugado e o sobrenadante adicionado ao balão C. O precipitado contido nos tubos ficou a evaporar ao ar. O balão C foi evaporado até à secura no evaporador rotativo, o seu exterior seco e guardado num exsiccador com pentóxido de sódio sob vácuo durante 10 horas (adaptado de [44-46]).

O teor de gordura dos extratos é determinado por pesagem e calculado pela seguinte fórmula:

$$\% \text{Matéria Gorda} = \frac{(m_1 - m_0)}{m_i} \times 100 \quad (\text{Equação 3})$$

Sendo:

- $m_1$  - massa do balão C com a matéria gorda,
- $m_0$  - massa do balão C,
- $m_i$  - massa da toma inicial da amostra.

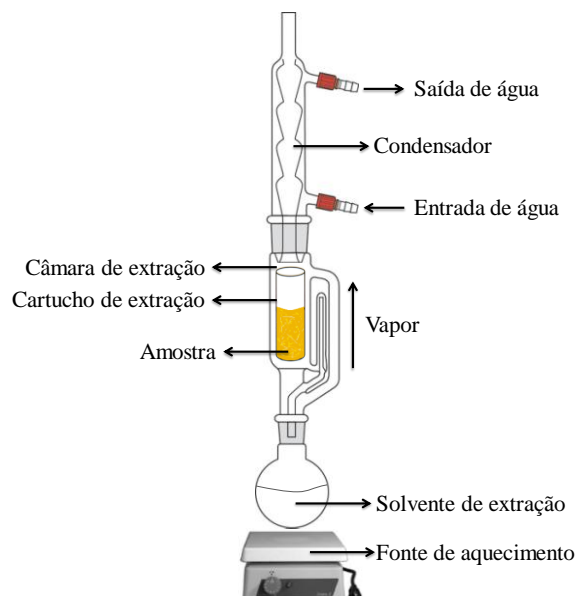


Figura 23: Montagem de uma extração pelo Método de Soxhlet [47].

## 2.2.4. Determinação do teor de sacarose

### 2.2.4.1. Extração de sacarose

Os cartuchos de papel foram colocados em suspensão sobre copos de vidro de 400 mL. Os copos de vidro foram, por sua vez, colocados sobre placas de agitação, com agitador magnético. De seguida, lavou-se os balões A e B, e os tubos de ensaio roscados, das respectivas réplicas, com água destilada aquecida a uma temperatura de 80 °C. As soluções de lavagens foram adicionadas ao interior dos cartuchos. Este procedimento foi repetido pelo menos 3 vezes. No final da passagem das soluções de lavagem pelos cartuchos, não poderão estar submersos mais que o limite superior do cartucho.

A solução de lavagem do copo, depois de arrefecida, foi transferida para um balão volumétrico de 500 mL, tendo o cuidado de passar novamente com água destilada o copo de lavagem e o respetivo cartucho. Esta solução foi utilizada para a quantificação de sacarose.

### 2.2.4.2. Quantificação do teor de sacarose

A determinação do teor de sacarose nas amostras de OMA foi realizada segundo o método do fenol/ácido sulfúrico desenvolvido por Dubois *et al.*[48].

#### 2.2.4.2.1. Preparação das soluções padrões

Preparou-se uma solução-mãe de sacarose com concentração padrão de 0,0500% num balão volumétrico de 100 mL. A partir desta solução foram preparadas soluções padrão de concentração 0,0125%, 0,0250%, 0,0375% em balões volumétricos de 20 mL. (adaptado de [44-46]).

#### 2.2.4.2.2. Preparação das soluções da amostra

Da solução preparada no balão volumétrico de 500 mL retirou-se uma alíquota de 2 mL para um balão volumétrico de 20 mL, perfazendo o volume com água destilada.

#### 2.2.4.2.3. Aplicação do método fenol ácido sulfúrico

Num tubo de ensaio colocou-se 100 µL de amostra ou padrão, efetuando-se o ensaio em triplicado. Seguidamente adicionou-se 1 mL da solução de fenol a 5% e 2,5 mL de ácido sulfúrico concentrado, em esguicho, sobre o líquido do tubo, tendo-se homogeneizado a solução.

Continuamente, os tubos foram cobertos com papel de alumínio e colocados num banho termostático a 100 °C durante 10 minutos. Após este período, foram retirados para um banho de água fria, deixando-se arrefecer.

As soluções dos tubos foram transferidas para cuvetes de 4 mL tendo-se medido a absorvância a 490 nm no espectrofotómetro (Jenway 6405 UV/Vis).

A concentração de sacarose é determinada através de uma reta de calibração de absorvância vs. Concentração de sacarose. A massa de sacarose, em g, é obtida pelo valor da concentração multiplicado por 50.

O teor de sacarose, em percentagem, foi obtido por:

$$\% \text{Sacarose} = \frac{m_s}{m_i} \times 100 \quad (\text{Equação 4})$$

Sendo:

- $m_s$  - massa de sacarose, em g,
- $m_i$  - massa da toma inicial de amostra, em g.

Tomou-se como resultado a média aritmética de três determinações, com precisão à décima de miligrama (adaptado de [44-46]).



### 2.2.5. Determinação do teor de proteína insolúvel

Para a determinação da proteína insolúvel, lavou-se o cartucho de soxhlet com 10 mL de acetona destilada. A solução de lavagem foi rejeitada e o cartucho deixado a evaporar à temperatura ambiente.

O precipitado do cartucho seco foi posteriormente removido para uma caixa de pesagem previamente tarada com precisão à décima de miligrama. O resíduo foi seco na estufa (Binder) a uma temperatura de 80 °C durante 45 minutos.

Após a secagem, a caixa de pesagem foi fechada e colocada no exsiccador. Depois de arrefecida à temperatura ambiente (30 min), a caixa foi pesada com precisão até à décima de miligrama. Este procedimento foi repetido pelo menos 3 vezes, até se obter um peso constante.

A percentagem de proteína insolúvel presente na amostra foi calculada segundo a seguinte fórmula:

$$\% \text{Proteína Insolúvel} = \frac{(m_3 - m_2)}{m_i} \times 100 \quad (\text{Equação 5})$$

Sendo:

- $m_3$  - massa da caixa de pesagem com o resíduo seco,
- $m_2$  - massa da caixa de pesagem,
- $m_i$  - massa da toma inicial da amostra.

Tomou-se como resultado a média aritmética de três determinações, com precisão à décima de miligrama (adaptado de [44-46] ).

### 2.2.6. Elaboração do relatório de ensaio para o OC

Após aplicação do procedimento sequencial de análise química, os resultados obtidos foram analisados e compilados num documento, onde é apresentada uma tabela com os valores médios e desvios padrões referentes aos parâmetros de humidade, atividade de água, gordura, sacarose e proteína insolúvel relativos às amostras codificadas de OMA, com a respetiva data de amostragem. Este documento foi utilizado na elaboração dos relatórios de ensaio a entregar ao OC. Estes documentos foram depois guardados em formato digital pelo responsável técnico da Universidade de Aveiro e pelo analista. Do relatório de ensaio constou: a identificação da amostra, número do relatório, a data de análise, os valores médios e desvio padrão e valores de referência do caderno de especificações dos OMA por parâmetro analisado. Foi efetuada a avaliação da amostra de

acordo com os valores de referência e efetuada a apreciação final. Caso os resultados estivessem dentro dos valores de referência, a amostra é representativa, caso contrário é referido qual o parâmetro que apresenta desvio. Os relatórios de ensaio, devidamente assinados e datados pelo responsável técnico da UA, quando emitidos, foram enviados por correio eletrónico e os originais foram entregues à OC. Em anexo (Anexo B) encontra-se o documento modelo elaborado para apresentação dos resultados das análises químicas, designado de “Relatório de ensaio”.

### **2.3. Análise das Amostras de OMA por Espectroscopia de Infravermelho**

Foram analisadas 32 amostras de OMA por espectroscopia de infravermelho por MIR, em dois aparelhos de infravermelho Bruker IFS55 e Perkin Elmer Spectrum BX, e por NIR. As amostras a analisar foram previamente descongeladas à temperatura ambiente, na noite anterior à análise.

#### **2.3.1 Aquisição dos espectros de MIR**

##### **2.3.1.1. Aquisição de espectros no Equipamento Bruker**

Foram analisadas 32 amostras de OMA, por MIR utilizando a gama de números de onda entre 4000 e 500  $\text{cm}^{-1}$  com uma resolução de 8  $\text{cm}^{-1}$  num espectrofotómetro de IR Bruker IFS55 (adaptado de [48]), Specac com acessório Golden Gate (sistema de ATR) (Figura 24), com acumulação de 256 scans. Para cada amostra de OMA foram obtidos 3 espectros de infravermelho médio. A amostra de OMA foi colocada diretamente no acessório de amostragem do aparelho depois de homogeneizada. Após análise, removeu-se a amostra, tendo-se lavado o acessório de amostragem com etanol e água destilada. Entre cada amostra foi realizado o espectro do ruído de fundo (*background*). A análise dos espectros foi realizada recorrendo ao *software* CATS desenvolvido por Barros [49].



Figura 24: Equipamento de MIR Bruker IFS55.

### 2.3.1.2. Aquisição de espectros no Equipamento Perkin Elmer Spectrum BX

Foram analisadas 32 amostras de OMA, por MIR utilizando a gama de números de onda entre  $4000$  e  $500\text{ cm}^{-1}$  com uma resolução de  $8\text{ cm}^{-1}$  num espectrofotómetro IR Perkin Elmer Spectrum BX, Specac com acessório Golden Gate (sistema de ATR) (Figura 25), com acumulação de 64 scans. Para cada amostra de OMA foram obtidos 3 espectros de infravermelho médio. A amostra de OMA foi colocada diretamente no acessório de amostragem do aparelho depois de homogeneizada. O procedimento de lavagem do acessório de amostragem foi o mesmo adotado no equipamento Bruker IFS55. Entre cada amostra foi realizado o espectro do ruído de fundo (*background*). A análise dos espectros foi realizada recorrendo ao *software* CATS desenvolvido por Barros [49].



Figura 25: Equipamento de MIR Perkin Elmer Spectrum BX

### 2.3.2. Aquisição dos Espetros de NIR

Os espectros de NIR foram obtidos considerando as mesmas 32 amostras de OMA. A aquisição dos espectros foi realizada no espectrofotômetro NIR Perkin Elmer Spectrum 100N, na gama de números de onda entre 10000 a 4000  $\text{cm}^{-1}$  com resolução de 8  $\text{cm}^{-1}$  e acumulação de 64 scans. A leitura do espectro foi efetuada em células com refletor onde foi colocada amostra de OMA para análise. À semelhança do que foi efetuado para o MIR, foram realizados 3 espectros para cada uma das amostras, tendo o cuidado de homogeneizar sempre amostra. Entre cada amostra foi realizado o espectro do ruído de fundo (*background*). A análise dos espectros foi realizada recorrendo ao *software* CATS desenvolvido por Barros [49].



Figura 26: Equipamento de NIR Perkin Elmer Spectrum 100N



### **3. RESULTADOS E DISCUSSÃO**



### 3.1. Análises químicas

A qualidade dos OMA é assegurada pela APOMA a avaliação química é efetuada na Universidade de Aveiro, por subcontratação do OC. O OC avalia o resultado do plano de controlo (inspeções e ensaios), mediante análise dos Relatórios de Inspeções e dos Relatórios de Ensaio e após verificação da conformidade lhes confere a certificação do produto como IGP, reconhecendo aos produtores de OMA um estatuto de qualidade certificada. Os ensaios de controlo são realizados a partir da análise deste produto tradicional a nível sensorial e químico. Deste modo, foi realizada a análise sensorial e química de 68 massas de OMA.

Na análise sensorial das massas de OMA foram avaliados parâmetros como a cor, brilho, sabor, aroma, consistência e textura, tendo sido efetuada por um conjunto de 9 provadores com conhecimento do produto. Para o presente trabalho apenas foi realizado o acompanhamento e participação na análise sensorial, apoiando a APOMA durante o processo, não constando por isso os resultados da análise.

Na análise química, foram analisados os parâmetros humidade,  $a_w$ , gordura, proteína insolúvel e sacarose. A aprovação ou não das amostras para o processo de certificação teve em conta os valores de referência estipulados para os parâmetros em questão no Caderno de Especificações dos Ovos Moles de Aveiro elaborado pela APOMA [1]. Às amostras aprovadas foi-lhes atribuída, nos relatórios de ensaio, a classificação de “amostras representativas dos OMA”. Já as amostras que apresentavam desvios relativamente aos valores de referência foram designadas de “amostras que podem não ser representativas dos OMA”.

Na Tabela 3 é apresentada a composição química obtida nas análises químicas das 68 amostras para os 5 parâmetros analisados. A aprovação ou não das amostras teve como referência os valores estipulados no Caderno de Especificações e Obrigações dos OMA relativos a composição química das amostras de OMA tendo em conta os desvios padrão.



Tabela 3: Resultados obtidos nas análises químicas das amostras OMA.

Data de Receção	Valores de Referência Código da Amostra	Parâmetros										Aprovação
		Humidade (26-32%)		a <sub>w</sub> (0,838-0,890)		Gordura (14-20%)		Proteína (3,1-5,3%)		Sacarose (36-46%)		
		$\bar{x}$	s	$\bar{x}$	s	$\bar{x}$	s	$\bar{x}$	s	$\bar{x}$	S	
06-12-2011	102	25,69	0,81	0,850	0,004	19,37	0,78	ND		44,77	3,35	SIM
	105	<b>21,98</b>	0,37	0,867	0,003	18,08	0,83	ND		47,28	4,32	NÃO <sup>1</sup>
	107	28,67	0,96	0,839	0,004	16,21	0,64	ND		49,48	4,17	SIM
	109	<b>22,30</b>	1,19	0,848	0,002	15,13	0,95	ND		51,02	4,54	NÃO
31-01-2012	111	29,03	0,16	0,876	0,001	16,80	0,58	ND		44,75	2,78	SIM
	113	27,67	0,02	0,843	0,009	15,56	2,19	ND		<b>51,18</b>	1,61	NÃO
	115	28,63	0,17	0,871	0,001	20,37	1,57	ND		47,16	3,24	SIM
	117	28,40	0,05	0,869	0,001	17,36	0,32	ND		46,20	2,26	SIM
	119	27,87	0,09	0,867	0,002	17,65	0,34	ND		48,43	3,82	SIM
	121	27,58	0,09	0,864	0,003	17,98	0,65	ND		45,32	4,30	SIM
	123	25,84	1,65	0,855	0,403	14,57	0,79	ND		47,53	3,72	SIM
	125	27,87	0,24	0,857	0,000	17,03	0,40	ND		45,55	4,22	SIM
14-02-2012	127	29,28	1,84	0,870	0,007	18,08	0,05	ND		47,71	1,76	SIM
	129	27,11	0,12	0,852	0,033	15,70	2,15	ND		<b>51,39</b>	1,45	NÃO
	131	29,83	0,92	0,881	0,002	15,75	0,75	ND		43,01	3,10	SIM
	133	25,49	0,20	0,838	0,003	18,08	1,98	ND		43,86	2,52	SIM
	135	26,97	0,14	0,846	0,012	13,53	0,52	ND		46,95	2,19	SIM
	137	31,05	0,20	0,864	0,010	17,55	0,88	ND		45,04	5,23	SIM
28-02-2012	139	26,05	0,16	0,854	0,003	21,80	2,39	6,40	1,55	40,25	1,59	SIM
	141	28,49	0,21	0,856	0,004	18,86	0,86	5,66	0,45	39,43	2,59	SIM
	143	26,16	0,12	0,844	0,003	18,86	0,10	5,86	0,82	41,51	2,66	SIM
	145	27,15	0,27	0,854	0,002	17,49	0,21	5,43	0,46	40,63	3,06	SIM
	147	29,34	0,11	0,866	0,002	15,58	0,60	3,41	0,07	40,73	2,09	SIM
	149	28,29	0,29	0,864	0,002	19,00	0,92	5,10	1,36	40,16	1,69	SIM
	151	28,05	0,04	0,865	0,003	18,18	0,62	4,18	0,14	40,79	0,52	SIM
	153	26,03	0,11	0,837	0,004	19,82	0,65	5,46	0,40	39,95	1,15	SIM
13-03-2012	155	27,12	0,14	0,865	0,002	17,12	0,34	5,03	0,46	<b>47,74</b>	0,66	NÃO
	157	29,56	0,14	0,877	0,002	20,97	1,31	4,60	0,06	42,22	0,99	SIM
	159	27,01	0,15	0,864	0,001	18,04	0,28	4,93	0,68	47,21	1,30	SIM
	161	26,97	0,13	0,858	0,001	18,03	1,52	5,24	0,04	<b>52,15</b>	0,60	NÃO
	163	27,30	0,30	0,866	0,004	18,03	1,52	3,81	0,52	<b>54,99</b>	2,94	NÃO
	165	29,79	0,05	0,872	0,006	15,38	0,22	3,46	0,47	<b>49,60</b>	1,43	NÃO
	167	29,08	0,10	0,866	0,003	19,19	0,40	5,08	0,18	45,16	3,29	SIM
	169	27,88	0,83	0,863	0,003	18,14	0,33	4,19	0,61	46,43	1,30	SIM

<sup>1</sup> Os parâmetros relativos às não conformidades encontram-se evidenciados a negrito.

Tabela 3: Resultados obtidos nas análises químicas das amostras OMA (continuação).

Data de Receção	Valores de Referência Código da amostra	Parâmetros										Aprovação
		Humidade (26-32%)		a <sub>w</sub> (0,838-0,890)		Gordura (14-20%)		Proteína (3,1-5,3%)		Sacarose (36-46%)		
		$\bar{x}$	s	$\bar{x}$	s	$\bar{x}$	s	$\bar{x}$	s	$\bar{x}$	s	
27-03-2012	171	24,02	0,24	0,857	0,005	15,43	0,13	4,58	0,34	<b>49,11</b>	1,70	NÃO
	173	27,09	0,34	0,887	0,002	18,17	0,33	5,06	0,06	43,42	2,90	SIM
	175	27,40	0,12	0,882	0,016	15,82	0,09	4,40	0,27	44,84	2,89	SIM
	177	31,90	0,24	<b>0,894</b>	0,002	14,15	0,55	3,30	0,94	42,82	2,90	NÃO
	179	25,90	0,19	0,853	0,002	15,56	1,81	3,72	0,39	49,65	4,14	SIM
	181	26,32	0,12	0,849	0,001	15,42	1,13	3,37	1,31	46,21	1,70	SIM
	183	25,01	0,16	0,846	0,001	15,48	0,14	3,91	0,59	<b>50,94</b>	1,62	NÃO
	185	26,49	0,19	0,851	0,002	19,37	0,78	3,63	0,31	41,37	1,54	SIM
10-04-2012	187	27,71	0,13	0,852	0,013	17,42	0,09	4,23	0,64	40,66	0,53	SIM
	189	27,61	0,15	0,841	0,001	15,31	0,23	3,24	0,84	41,90	1,22	SIM
	191	27,51	0,27	0,846	0,006	14,65	0,20	3,27	0,45	42,57	1,48	SIM
	193	29,10	0,16	0,860	0,003	17,27	0,49	4,50	0,62	41,41	2,27	SIM
24-04-2012	195	27,62	0,09	0,869	0,002	17,27	0,86	4,76	0,20	ND		SIM
	197	28,21	0,21	0,854	0,004	15,75	0,15	4,80	0,31	ND		SIM
	199	27,30	0,63	0,857	0,002	14,19	0,45	4,23	0,18	ND		SIM
	201	29,04	0,08	0,877	0,001	16,51	0,18	4,90	0,54	ND		SIM
	203	28,99	0,02	0,885	0,002	17,84	0,11	3,83	0,52	ND		SIM
	205	27,13	0,27	0,863	0,000	17,53	0,34	5,14	0,31	ND		SIM
	207	30,01	0,17	0,881	0,001	16,91	0,46	4,21	0,75	ND		SIM
	209	31,93	0,22	0,890	0,002	14,33	0,14	2,88	0,70	ND		SIM
08-05-2012	211	27,89	0,24	0,863	0,003	17,02	0,28	3,11	0,24	<b>48,25</b>	0,74	NÃO
	213	30,25	0,30	0,875	0,003	15,76	0,63	3,38	0,60	48,73	3,15	SIM
	215	25,94	0,30	0,848	0,001	18,18	2,44	3,45	0,41	<b>52,95</b>	2,10	NÃO
	217	28,50	0,31	0,848	0,001	14,68	0,54	4,14	0,55	<b>49,77</b>	0,41	NÃO
	219	28,05	0,52	0,876	0,000	15,03	0,24	4,98	0,37	45,04	1,24	SIM
	221	26,24	1,65	0,873	0,001	16,15	0,14	3,33	0,22	44,43	4,54	SIM
	223	27,86	0,18	0,868	0,001	17,33	0,79	4,31	0,07	43,30	2,01	SIM
22-05-2012	225	26,84	0,30	0,860	0,005	16,93	2,21	2,97	0,36	46,73	0,81	SIM
	227	26,21	0,12	0,837	0,002	16,40	0,25	3,87	0,29	45,89	1,28	SIM
	229	28,26	0,18	0,863	0,001	16,45	0,83	4,56	1,02	44,75	2,41	SIM
	231	25,75	1,18	0,847	0,002	16,54	1,72	4,31	0,71	46,22	1,01	SIM
	233	25,71	0,15	0,857	0,005	18,52	0,15	5,30	0,15	40,12	1,84	SIM
	235	25,83	1,35	0,839	0,003	16,32	1,10	3,20	0,24	50,23	5,72	SIM
	237	29,35	0,15	0,875	0,001	18,53	0,24	3,79	0,86	39,21	1,98	SIM

### 3.1.1. Teor de humidade

A determinação do teor de humidade é efetuada por remoção da água através do método de secagem da amostra a uma temperatura elevada, 105 °C, durante pelo menos 6 h. Foi utilizada areia de forma a facilitar o processo de secagem através do aumento da área de superfície, prevenindo assim a retenção de água por formação de crosta na massa dos OMA [12, 44, 50].

Pelos resultados obtidos na Tabela 3 para o parâmetro humidade, verifica-se que as amostras de OMA analisadas apresentam uma variação entre 22 e 32%. A percentagem mínima, 22%, deste parâmetro encontra-se fora dos valores de referência estipulados para este parâmetro (26-32%), o que implica uma não conformidade de duas amostras, as amostra 105 e 109. A nível sensorial, foi observado que estas amostras apresentavam uma aparência seca, consistência muito pastosa e uma textura não uniforme, resultado da presença de grânulos de açúcar. A formação de grânulos de açúcar poderá justificar o elevado teor de sacarose nestas amostras. As amostras com elevados teores de humidade (29-32%), como por exemplo as amostras 131, 147, 157 e 177, encontram-se muito próximas do valor máximo de referência dos OMA (32%). Este tipo de amostras, quando analisadas sensorialmente, aparentavam uma consistência muito líquida. O excesso de água das amostras poderá favorecer o desenvolvimento microbiano, condicionando assim a qualidade do produto [12].

### 3.1.2. $a_w$

Relativamente ao parâmetro da  $a_w$ , foram registados valores entre 0,837 e 0,894 nas amostras de OMA analisadas. A amostra 153 apresenta um valor de  $a_w$  ligeiramente abaixo do valor mínimo de referência (0,838). No entanto, o desvio padrão calculado permite classificá-la como representativa dos OMA. No caso da amostra 177, o valor de  $a_w$  registado (0,894) foi mais elevado do que o valor de referência (0,890). Esta amostra foi considerada não representativa dos OMA. Nas amostras cujos valores de  $a_w$  sejam elevados, tal como na amostra 177, o desenvolvimento de leveduras é favorecido. Deste modo, deverá ser efetuado um controlo microbiológico das amostras de forma a assegurar a segurança alimentar dos OMA.

A Figura 27 mostra que há uma tendência linear de proporcionalidade entre a humidade e a  $a_w$ . Isto significa que amostras com valores de  $a_w$  elevados apresentam teores elevados de humidade e vice-versa, como por exemplo as amostras 131 ( $a_w$  0,881 e 30% humidade), 207 ( $a_w$  0,881 e 30% Humidade), 177 ( $a_w$  0,894 e 32% humidade) e 209 ( $a_w$  0,890 e 32% humidade). No entanto, também existem amostras em que humidade é baixa mas que apresentam valores de  $a_w$  relativamente elevados. Tal justifica a necessidade de determinação de ambos os parâmetros na análise química.

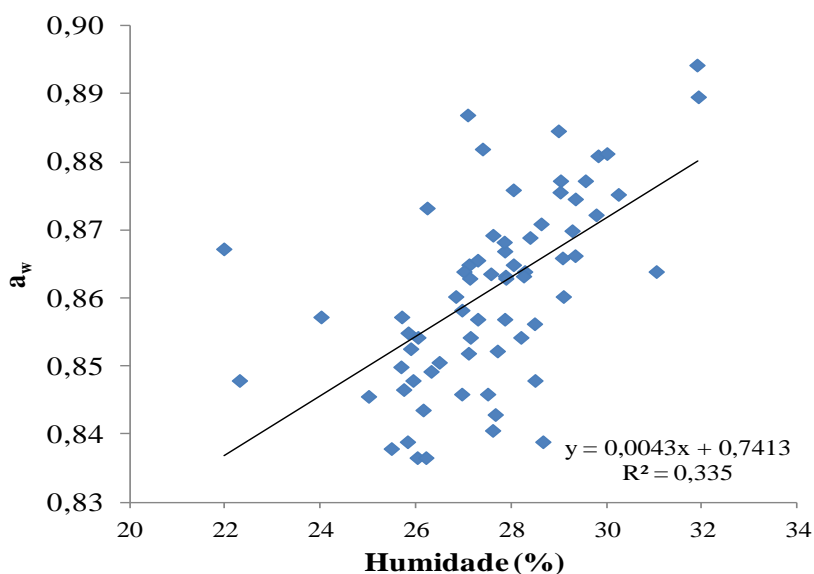


Figura 27: Gráfico relativo à humidade em função da  $a_w$  das amostras de OMA.

### 3.1.3. Teor de gordura

A gordura dos OMA é obtida por extração de soxhlet, recorrendo a uma mistura de solventes orgânicos. Esta técnica permite a redução do tempo de extração e o volume de solvente usado [14, 51, 52]. Este componente da amostra de OMA encontra-se sob a forma de lipoproteínas possibilitando assim a sua extração tendo em conta diferença de polaridades entre a fração proteica e a fração lipídica. Esta característica permitiu a seleção dos solventes de extração, uma mistura de clorofórmio/ metanol (2:1) [44]. O clorofórmio promove o isolamento dos lípidos da amostra, enquanto o metanol estabelece ligações de hidrogénio com a fração proteica, levando à quebra das ligações dos lípidos às lipoproteínas. Como resultado, verifica-se a formação de um precipitado da proteína ligeiramente desnaturada, para além da solubilização dos lípidos [14]. Os lípidos presentes na amostra após a separação estão na forma de ésteres, que são compostos não polares. A

separação destes da fração proteica é realizada por solubilização em éter de petróleo [14, 51, 52].

Na análise do parâmetro gordura (Tabela 3) não foram identificadas amostras não conformes que apresentassem desvios relativos aos valores de referência da gordura (14-20%). No entanto, as amostras 139 e 157 apresentam valores altos de gordura entre 21 e 22%. Contudo, o intervalo do desvio padrão associado coloca estas amostras como representativas das amostras de OMA.

A gordura é proveniente da gema de ovo, usadas na confecção do produto em questão. Desta forma, a cor evidenciada pelos OMA dependerá da tonalidade exibida pelas gemas de OMA, cozimento e reações de Maillard. Nas amostras de OMA as cores variaram entre os tons de amarelo a laranja.

#### **3.1.4. Teor de proteína**

A proteína dos OMA, tratando-se de proteína desnaturada, é insolúvel em água, o que possibilita a sua separação após a solubilização da sacarose em água. O precipitado residual é seco e quantificado como proteína insolúvel.

Os resultados obtidos para as amostras de OMA quanto ao teor de proteína insolúvel variam entre 2,9% (amostra 209) e 6,4% (amostra 139), estando estas duas amostras incluídas dentro dos valores de referência (3,1 - 5,3%) atendendo aos desvios padrões associados.

A proteína insolúvel e gordura são parâmetros cuja origem deriva da gema do ovo. Estes parâmetros, geralmente, são diretamente proporcionais. Isto significa que amostras que apresentem baixos teores de proteína (3%), tal como as amostras 147, 165, 177 e 209, apresentam baixos teores de gordura (14-15%). A mesma relação se verifica para amostras com altos valores de proteína (5,3-6,4%) e gordura (19-22%), como por exemplo as amostras 139, 153, 167 e 233 (Figura 28). Contudo, obtiveram-se resultados que contradizem esta relação de proporcionalidade, como por exemplo nas amostras 163 (18% gordura e 3,8% de proteína) e 185 (19% de gordura e 3,6% proteína). Estes valores podem indicar que a metodologia implementada poderá levar a perdas relativas de proteína que podem influenciar a classificação das amostras de OMA.

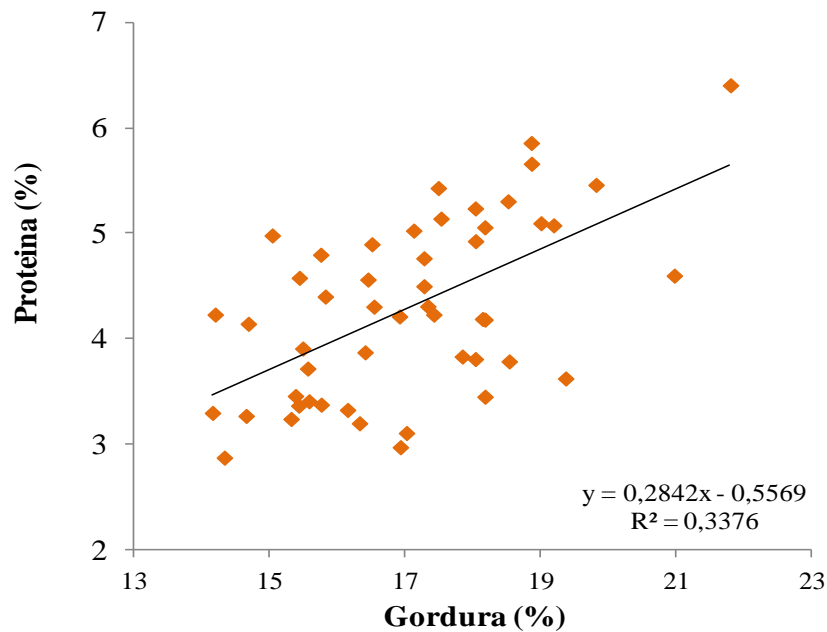


Figura 28: Gráfico relativo à gordura em função de proteína das amostras de OMA.

### 3.1.5. Teor de sacarose

O teor de sacarose das amostras de OMA é determinado pelo método de fenol-ácido sulfúrico. Este método permite a hidrólise da sacarose com ácido sulfúrico concentrado, da qual resultam os compostos HMF e furfural [48]. Estes compostos sofrem uma reação de condensação com fenol, levando à formação de um complexo de cor amarela. O teor de sacarose é quantificado por leitura da absorvância por espectroscopia de UV/Vis a 490 nm. A absorvância da amostra é proporcional à quantidade de fenol presente na amostra, e, conseqüentemente, à quantidade de açúcar [53].

Pela análise da Tabela 3, é observado que o teor de sacarose determinado nas amostras varia entre 39 e 55%. Em 27 das 68 amostras de OMA analisadas estes valores são superiores a 46%, que é o valor máximo permitido pelo caderno de especificações. A nível sensorial, a presença de grãos de açúcar em algumas amostras de OMA, confirma os elevados teores de sacarose. A amostra 235 foi uma das amostras em que se verificou a presença de grãos de açúcar e confirmou um teor de sacarose elevado (50%). Estes valores podem ser explicados pelo facto de algumas amostras se encontrarem no limite do prazo de validade (15 dias) estipulado para os OMA, favorecendo assim a formação de grãos de açúcar. Este facto é tanto mais relevante porque os parâmetros químicos constantes no

caderno de especificações se reportaram sempre a amostras com poucos dias de confecção, fator que tem de ser tido em conta numa futura revisão do caderno de especificações.

Existe também uma grande variabilidade de teores de sacarose entre amostragens, o que poderá estar associado a alterações do clima, uma vez que períodos mais secos e quentes propiciam a cristalização da sacarose e dias mais húmidos levam à produção de massas com teores mais elevados de humidade. Por exemplo, os resultados obtidos nas amostragens do mês de Maio, que correspondeu a um período de dias muito secos, mostram a maioria das amostras com teores superiores a 44% de sacarose.

### 3.1.6. Análise Global dos Resultados

Das 68 amostras de OMA analisadas nos ensaios químicos empreendido, foram identificadas 54 amostras como representativas dos OMA, o que representa uma percentagem de 79% de aprovação (Figura 29).

■ Amostras Não Aprovadas ■ Amostras Aprovadas

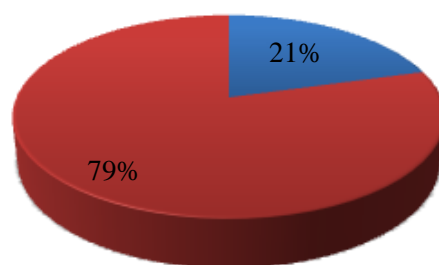


Figura 29: Gráfico relativo ao parecer das análises químicas de 68 amostras de OMA.

A Figura 30 evidencia as não conformidades encontradas nas amostras de OMA. Verificaram-se em 13 amostras de OMA que a não conformidade era relativa ao teor de sacarose em excesso. No caso do parâmetro humidade, foram identificadas 2 amostras com teores de humidade reduzida. Na única amostra relativa à não conformidade de  $a_w$ , tal deveu-se ao seu elevado valor. Nos parâmetros gordura e proteína não se verificaram amostras não representativas de OMA.

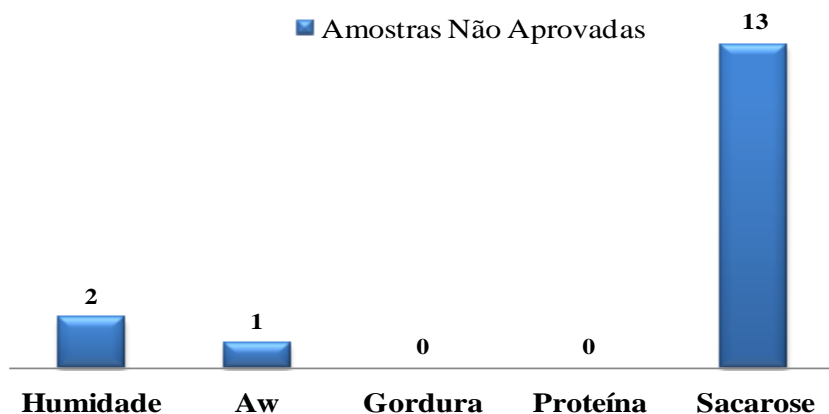


Figura 30: Gráfico representativo das não conformidades das amostras de OMA (há duas amostras que são excluídas em simultâneo pela humidade e sacarose).

Na Tabela 4 encontram-se as medianas calculadas para os parâmetros humidade,  $a_w$ , gordura, proteína insolúvel e sacarose analisados nas amostras de OMA. Estas amostras apresentam uma tendência para valores de humidade de 28%,  $a_w$  de 0,863, gordura 17%, proteína insolúvel 4,2% e sacarose 45%. O parâmetro sacarose é aquele que apresenta um valor ligeiramente superior à média dos valores de referência (41%), devendo por isso ser considerado um ajuste deste parâmetro relativamente aos valores de referência dos OMA [1].

Tabela 4: Mediana das amostras de OMA relativa aos parâmetros avaliados pelas análises químicas.

Parâmetros	Mediana
Humidade (%)	28
$a_w$	0,863
Gordura (%)	17
Proteína Insolúvel (%)	4,2
Sacarose (%)	45

O Caderno de Especificações e os estudos efetuados por Naia *et al.* [44-46] relacionam os parâmetros químicos com os parâmetros sensoriais das amostras de OMA. Deste modo, os parâmetros humidade e sacarose estão associados à cor e brilho das amostras. Já os parâmetros gordura e proteína estão relacionados com aparência e qualidade global das amostras, que por sua vez estão relacionadas com a consistência das massas de OMA.



## 3.2. Espetroscopia de infravermelho

Com o objetivo de testar a reprodutibilidade da análise dos OMA por MIR, foram obtidos espectros de 32 massas de OMA na região de 4000-500  $\text{cm}^{-1}$  utilizando dois equipamentos de infravermelho: o Bruker IFS55 e o Perkin Elmer Spectrum BX. As mesmas amostras foram analisadas por NIR na região 10000-4000  $\text{cm}^{-1}$ . Foi efetuada uma análise de componentes principais dos espectros de OMA através do *software* CATS desenvolvido por Barros, tendo-se obtido os mapas das contribuições e das coordenadas fatoriais [49]. A PCA foi realizada com a finalidade de detetar o agrupamento das amostras quanto aos parâmetros humidade, gordura e sacarose, componentes maioritários das amostras, assim como para a deteção de *outliers* que podem ser indicativos de não conformidades nas amostras de OMA.

### 3.2.1. Espetroscopia de infravermelho MIR (4000-500 $\text{cm}^{-1}$ ) realizada no equipamento Bruker

Através da Figura 31 podemos identificar as bandas espectrais correspondentes aos parâmetros água, gordura, proteína e sacarose, constituintes das amostras OMA obtidas no espectrofotómetro de infravermelho Bruker IFS55.

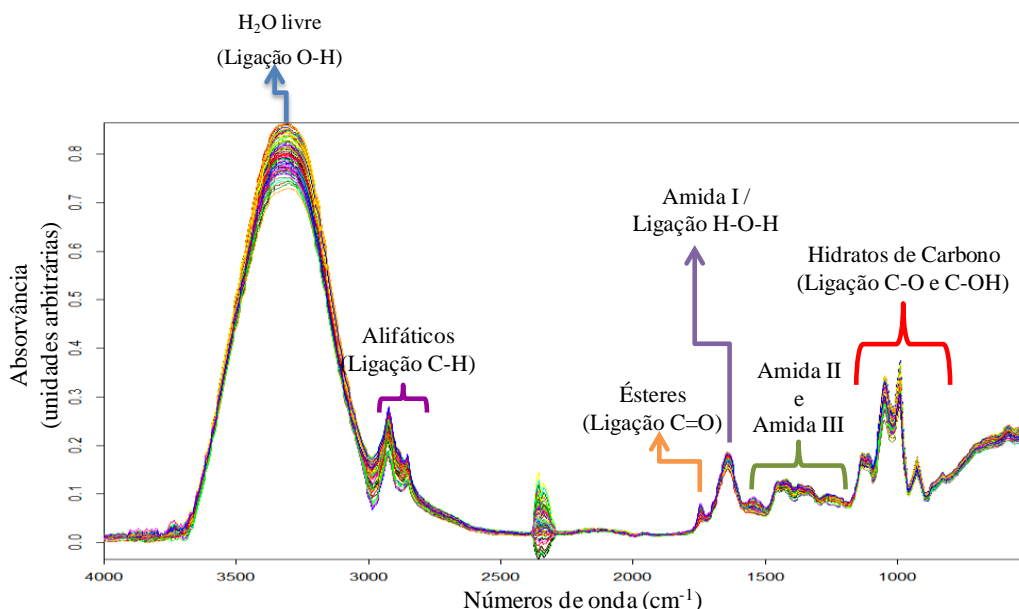


Figura 31: Espectros de MIR das amostras OMA obtidos na região 4000-500  $\text{cm}^{-1}$  no equipamento Bruker IFS55.

Na região entre 3500-3000  $\text{cm}^{-1}$  é observada uma banda de forte intensidade relativa à presença da água livre, com pico máximo a 3308  $\text{cm}^{-1}$ , relativa à deformação

axial da ligação de O-H da molécula da água. A presença de um pico bem definido a  $1662\text{ cm}^{-1}$  poderá ser indicativa de outra banda associada a presença da água, relativa à deformação angular da molécula H-O-H [32, 54-56]. Contudo, no mesmo número de onda também é absorvida radiação relativa à deformação axial da ligação C=O que ocorre na amida I das proteínas [57-62]. Na região entre  $1550\text{-}1250\text{ cm}^{-1}$  são indicativas da presença de proteínas pois são observadas bandas de fraca intensidade resultantes das vibrações de deformação axial C-H/ deformação angular N-H correspondentes à amida II ( $1550\text{-}1482\text{ cm}^{-1}$ ) e amida III ( $1443\text{-}1302\text{ cm}^{-1}$ ) [58, 59, 61].

Quanto à gordura, a presença de um pico de absorção a  $1725\text{ cm}^{-1}$  poderá ser um indicador deste parâmetro, como resultado da deformação axial da ligação dupla C=O. A presença de picos a  $2892\text{ cm}^{-1}$  e  $2670\text{ cm}^{-1}$  são referentes à deformação axial das ligações C-H dos grupos  $\text{CH}_2$  e  $\text{CH}_3$  das cadeias de ácidos gordos dos triglicerídeos que constituem a gordura [31, 32, 56, 59-62].

A região de *fingerprint*, entre  $1250\text{-}900\text{ cm}^{-1}$ , é relativa aos hidratos de carbono. Deste modo, a sacarose é identificada nesta região pelos picos a  $1050\text{ cm}^{-1}$  e  $992\text{ cm}^{-1}$ , da deformação axial das ligações C-OH e C-O, especificamente a  $992\text{ cm}^{-1}$ , relativa à ligação glicosídica [62-67].

Para uma melhor compreensão dos espectros de IR das amostras de OMA, realizou-se um PCA. O mapa das contribuições fatoriais da região  $1800\text{-}800\text{ cm}^{-1}$  (Figura 32) mostra uma banda localizada a  $1632\text{ cm}^{-1}$ , fortemente evidenciada pelo primeiro componente (PC1), que pode ser resultado da presença de dois parâmetros, água e proteína, visto que tanto água como amida I absorvem radiação nesta zona. A presença da gordura na banda localizada a  $1747\text{ cm}^{-1}$  é modelada principalmente pelo terceiro componente (PC3). Na zona do *fingerprint* dos hidratos de carbono entre  $1100\text{ e }900\text{ cm}^{-1}$ , a banda relativa à sacarose é identificada em ambos os componentes principais (PC1 e PC3) a  $988\text{ cm}^{-1}$ , número de onda associado à ligação glicosídica da sacarose.

O PC1, que contribui para a separação das amostras de OMA quanto aos parâmetros humidade (PC1 negativo) e sacarose (PC1 positivo), explica 71% da variabilidade total das amostras de OMA. Por seu lado, o PC3, que explica 7% da variabilidade total das amostras de OMA, está inversamente relacionado com a gordura (PC3 negativo).

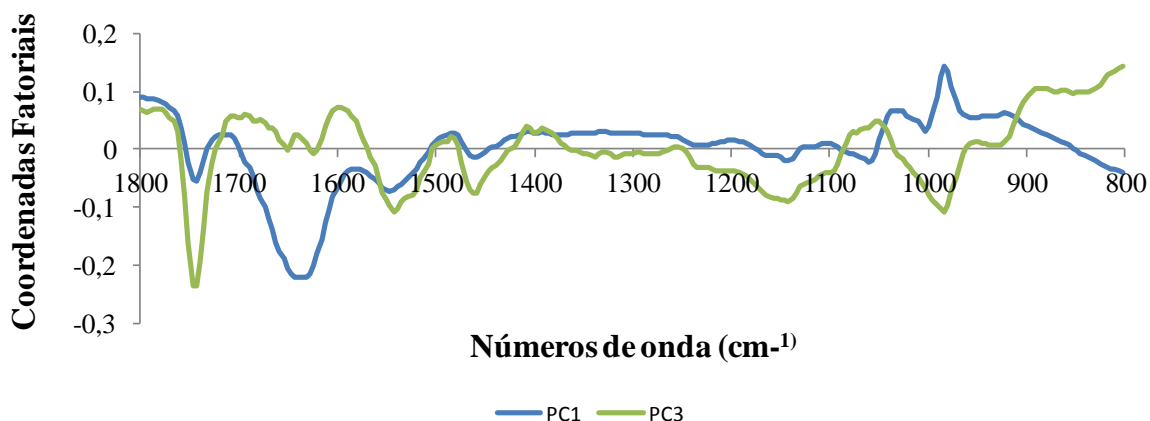


Figura 32: Mapa das contribuições fatoriais dos PC1 e PC3 da região de 1800- 800  $\text{cm}^{-1}$ , no equipamento Bruker IFS55.

A Figura 33 mostra o mapa das coordenadas fatoriais, onde estão identificadas as amostras com maiores teores de gordura, o que confirma a sua separação pelo PC3 negativo. No PC1 negativo (e PC3 positivo) foram identificadas amostras cujo teor médio de humidade é elevado (27-32%). No presente PCA verifica-se ainda neste quadrante a presença da amostra 177, que se encontra fora dos limites dos valores de referência estipulados para este parâmetro no Caderno de Especificações e Obrigações dos Ovos Moles de Aveiro. A rejeição desta amostra pelas análises químicas e espectroscópica de MIR mostra a potencialidade desta técnica na análise dos OMA.

Relativamente à sacarose das amostras de OMA, tal como já foi referido, através do mapa das contribuições fatoriais da Figura 32 verifica-se que este parâmetro é modelado pelo PC1 positivo (e PC3 negativo). Isto significa que as amostras que se encontram neste quadrante tendem a apresentar teores elevados de sacarose, podendo ser consideradas não representativas dos OMA. As amostras 235 e 171 foram amostras confirmadas neste quadrante e cujo teor de sacarose se apresentava muito elevado, cerca de 50%. No caso da amostra 235, esta não foi rejeitada devido ao elevado desvio padrão associado poder colocar esta amostra como aceite. No entanto, a análise espectroscópica mostra o elevado teor de sacarose, pelo que a sua rejeição deveria ter sido considerada se estes dois métodos tivessem sido combinados.

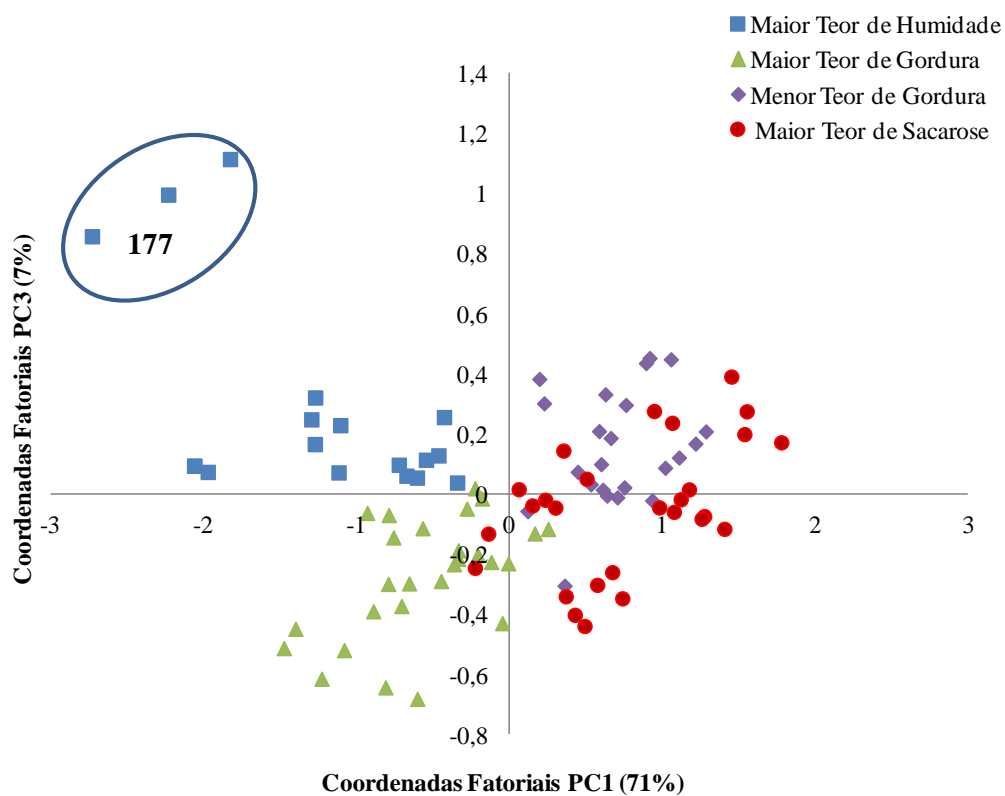


Figura 33: Mapa das coordenadas fatoriais do PC1 e PC3, na região 1800-800  $\text{cm}^{-1}$ , equipamento Bruker IFS55.

### 3.2.2. Espetroscopia de infravermelho MIR (4000-500 $\text{cm}^{-1}$ ) realizada no equipamento Perkin Elmer Spectrum BX

Os resultados da análise das amostras de OMA recorrendo ao equipamento Perkin Elmer Spectrum BX (Figura 34), mostram ser semelhantes aos obtidos no equipamento Bruker IFS55, com alguns desvios identificados na figura.

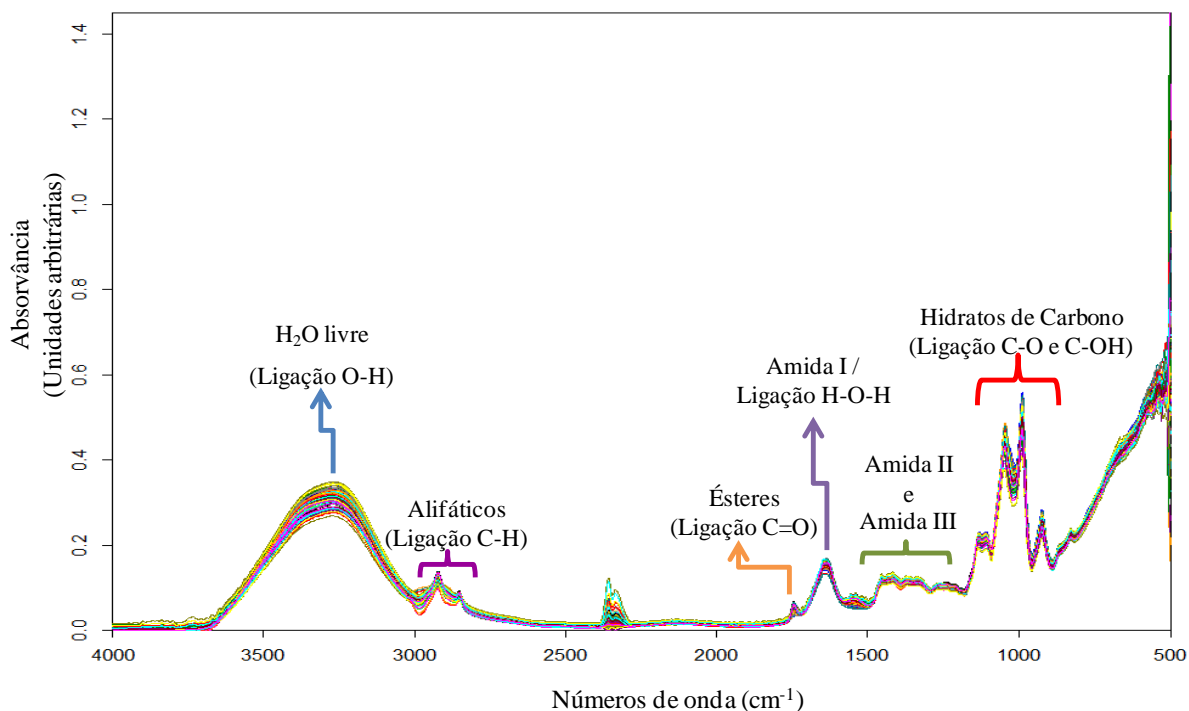


Figura 34: Espectros de MIR das amostras de OMA obtidos na região 4000-500  $\text{cm}^{-1}$  no equipamento Perkin Elmer Spectrum BX.

No mapa das contribuições fatoriais da Figura 35, tal como acontece para o equipamento Bruker IFS55, verifica-se que o PC1 negativo permite explicar a separação das amostras quanto à presença de água, evidenciada a  $1633 \text{ cm}^{-1}$ . Na zona do *fingerprint* dos hidratos de carbono entre  $1100$  e  $900 \text{ cm}^{-1}$ , a banda atribuída à sacarose é identificada pelo PC1 positivo (e PC3 negativo), na banda relativa a este açúcar a  $984 \text{ cm}^{-1}$ . O PC3 explica a separação das amostras relativamente ao parâmetro gordura, localizado no mapa a  $1745 \text{ cm}^{-1}$ .

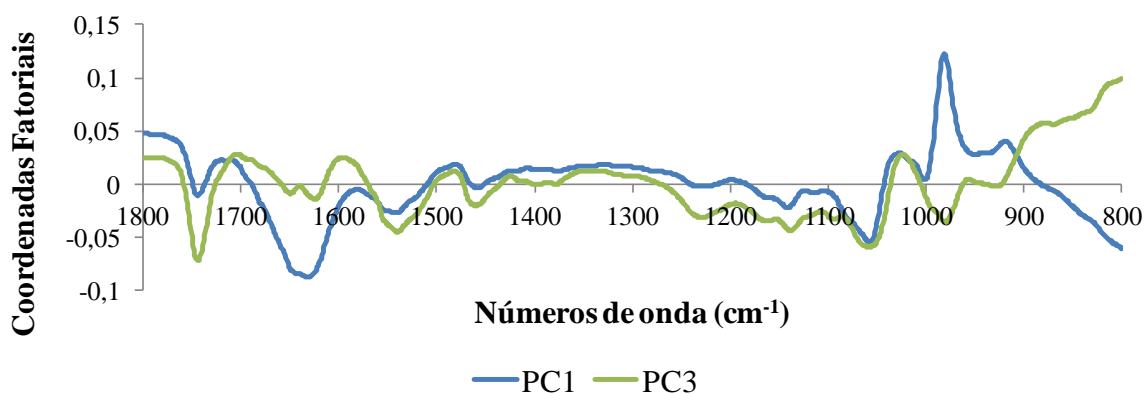


Figura 35: Mapa das contribuições fatoriais de PC1e PC3, da região de 1800-800  $\text{cm}^{-1}$  do equipamento Perkin Elmer Spectrum BX.

O mapa das coordenadas fatoriais da Figura 36 revela uma heterogeneidade maior em relação ao *cluster* formado pelas amostras de OMA no equipamento Bruker IFS55. Verifica-se assim que o PC1 contribui com 59% para a separação das amostras, enquanto o PC3 explica apenas 12% da variabilidade total existente. O intervalo entre estas variâncias não é tão significativo como o obtido pelo outro equipamento (PC1 71% e PC3 7%), justificando com isso a definição demonstrada pelo *cluster* obtido.

Através do PCA, analogamente ao que sucedeu para o equipamento Bruker IFS55, verifica-se que o PC1 negativo (e PC3 positivo) contribui para a separação das amostras em função do parâmetro humidade, cujo teor médio de humidade é de 27-32%, no qual também foi detetada a amostra 177 não conforme. Já o PC1 positivo (e PC3 negativo) separa as amostras com teores elevados de sacarose. As amostras 235 e 171 são novamente confirmadas como amostras com elevado teor de sacarose. Da mesma forma, verifica-se a separação das amostras em relação ao parâmetro gordura no PC3 negativo, onde se confirmam amostras com elevados teores de gordura (17-20%).

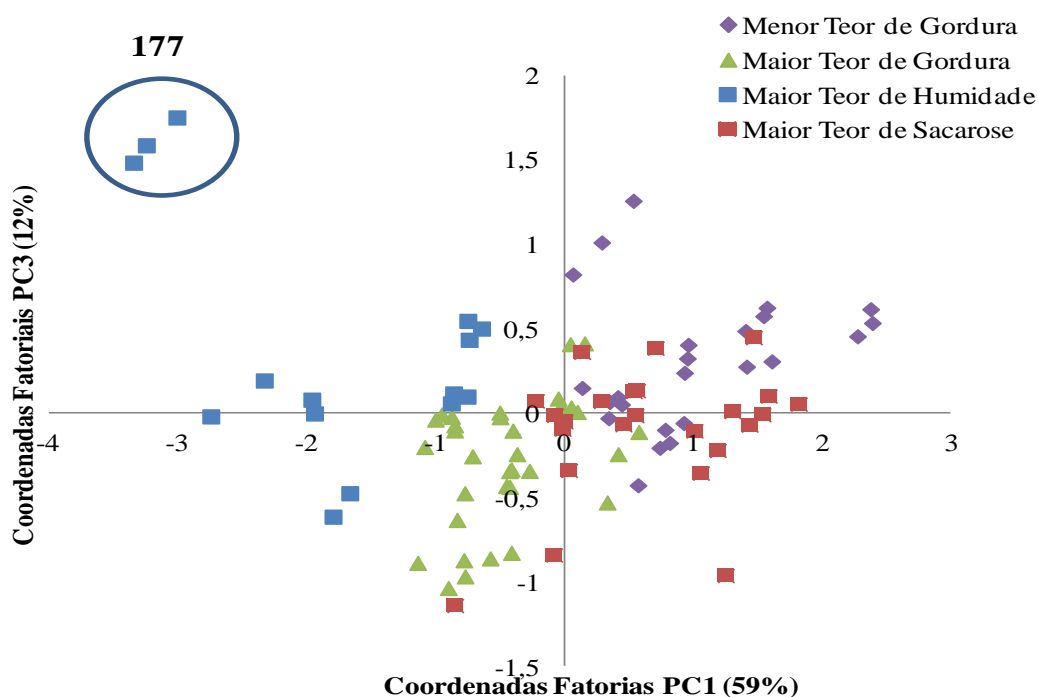


Figura 36: Mapa das coordenadas fatoriais PC1 e PC3, na região 1800-800  $\text{cm}^{-1}$  do equipamento Perkin Elmer Spectrum BX.

Os resultados obtidos nos aparelhos Bruker IFS55 e Perkin Elmer Spectrum BX permitem inferir a reprodutibilidade do modelo independentemente do equipamento de MIR.

### 3.2.3. Espectroscopia de infravermelho NIR (10000-4000 $\text{cm}^{-1}$ )

A Figura 37 mostra os espectros de NIR das amostras de OMA, onde se encontram identificadas as bandas espectrais correspondentes aos parâmetros água, açúcar, proteína e gordura.

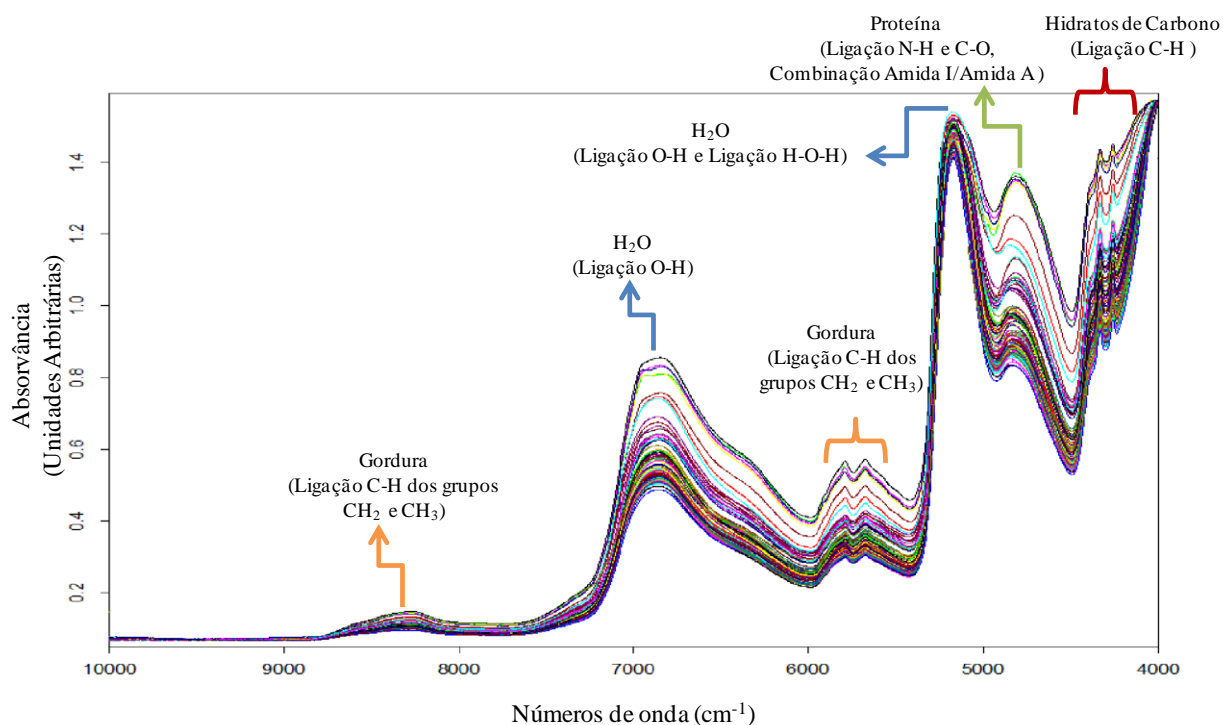


Figura 37: Espectros de NIR das amostras OMA na região de 10000-4000  $\text{cm}^{-1}$ .

Podemos observar na região dos 5200-5000  $\text{cm}^{-1}$  uma banda de forte intensidade a 5169  $\text{cm}^{-1}$  e outra mais fraca a 6841  $\text{cm}^{-1}$ , como resultado da presença de água da amostra de OMA, nomeadamente da combinação da deformação axial da ligação O-H e deformação angular de H-O-H [32, 54, 62, 68-70].

Quanto ao parâmetro gordura, este pode ser identificado através de uma banda de fraca intensidade a 8276  $\text{cm}^{-1}$ , e, na região entre os 5800 a 5650  $\text{cm}^{-1}$ , com picos a 5789 e 5675  $\text{cm}^{-1}$ , resultado da vibração da deformação axial da ligação CH dos grupos  $\text{CH}_2$  e  $\text{CH}_3$  dos ácidos gordos dos triacilglicérides [32, 54, 62, 70].

A presença de uma banda localizada a 4816  $\text{cm}^{-1}$  sugere a presença de proteína, relativa à deformação axial das ligações de N-H e C-O, assim como à combinação entre amida I e amida A [32, 62, 71, 72].

Na região do espectro a 4400-4200  $\text{cm}^{-1}$ , representada pelos picos a 4331  $\text{cm}^{-1}$  e 4259  $\text{cm}^{-1}$ , é evidenciada a presença de sacarose, resultado das combinações de

deformação axial das ligações C-H de CH<sub>2</sub> e combinação da ligação C-H de CH<sub>3</sub>[32, 62, 73, 74].

À semelhança do que foi realizado para os espectros de OMA de MIR, procedeu-se para uma PCA dos espectros de NIR, de forma a identificar a variabilidade da amostragem.

Através do mapa das contribuições fatoriais da Figura 38, podemos identificar no PC1 a 5256 cm<sup>-1</sup> uma banda espectral que identifica o parâmetro da água. Já no PC2, na região entre 4400-4200 cm<sup>-1</sup> verifica-se a zona atribuída ao parâmetro da sacarose, explicada pelo PC1 negativo.

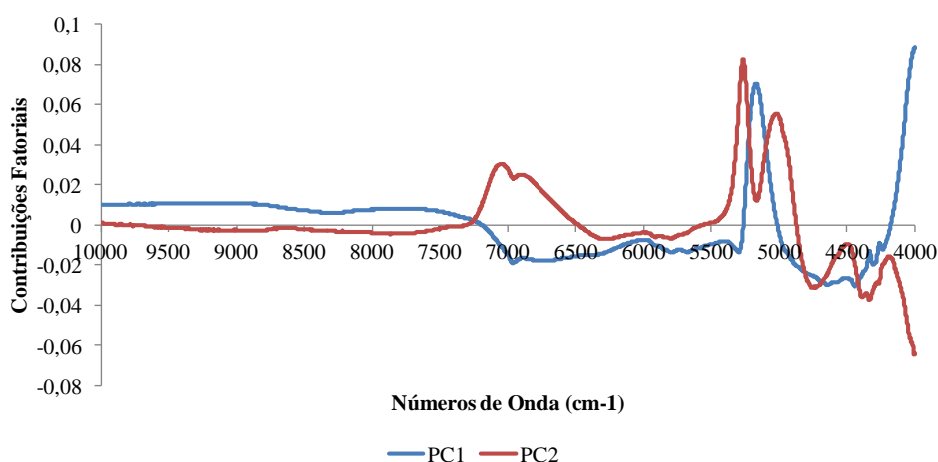


Figura 38: Mapa das contribuições fatoriais dos PC1 e PC2.

O mapa das coordenadas fatoriais da Figura 39 revela que cerca de 90% da variabilidade das amostras é explicado pelo PC1, contrariamente ao que é observado pelo PC2, em que apenas é explicado 6% da variabilidade entre as amostras.

O mapa das coordenadas fatoriais permite verificar que as amostras que apresentam teores elevados de sacarose a sua separação é efetuada maioritariamente pelo PC1 negativo. Já as amostras com teores mais elevados de humidade encontram-se no PC1 positivo.

A presença de *outliers* (amostras atípicas) no mapa das coordenadas fatoriais parece indicar a presença de não conformidades em algumas das amostras de OMA. Verifica-se assim, a presença de amostras com elevado teor de sacarose no PC1 negativo, identificados como amostras OMA com cerca de 50% de sacarose, as amostras 171 e 235. No PC1 positivo foi identificado um *outlier* que diz respeito a uma amostra com elevado teor em humidade, quantificada com 32%, a amostra 177.



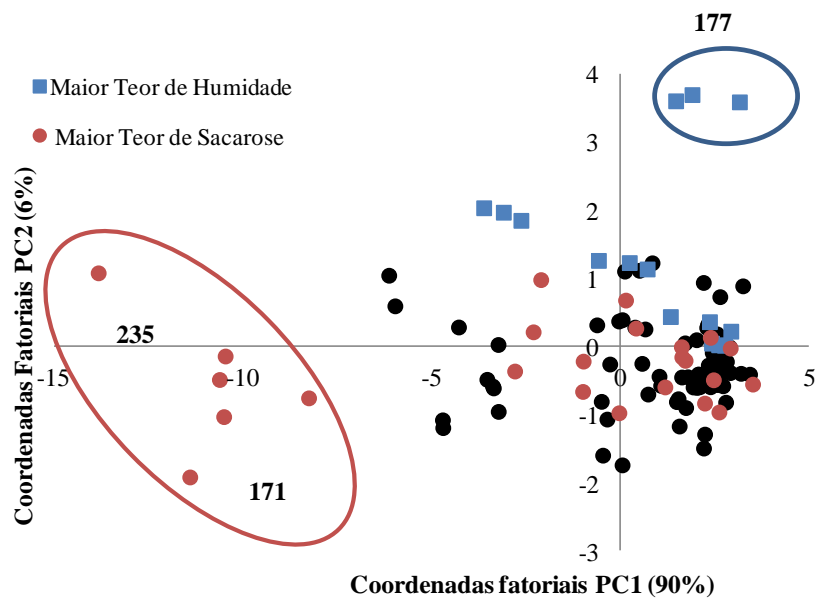


Figura 39: Mapa das coordenadas fatoriais do PC1 e PC2.

A técnica de NIR veio confirmar os resultados obtidos por MIR no que diz respeito à separação das amostras quanto aos parâmetros sacarose e humidade, sendo ainda identificadas as mesmas amostras não conformes. O facto de ambas as técnicas poderem ser aplicadas na análise dos OMA demonstra o grande potencial desta abordagem.

#### **4. CONSIDERAÇÕES FINAIS**



No presente trabalho, foram realizadas análises químicas e sensoriais a 68 massas de amostras dos OMA no âmbito do processo de certificação deste produto como Indicação Geográfica Protegida. Das amostras de OMA analisadas quanto aos parâmetros humidade, atividade de água, gordura, proteína insolúvel e sacarose, 54 foram consideradas representativas dos OMA. Nas amostras consideradas não representativas, o excesso de sacarose foi identificado como o principal parâmetro não conforme. Os valores medianos obtidos para este parâmetro demonstram a tendência das amostras de OMA para conterem teores de sacarose superiores ao estipulado pelo Caderno de Especificações dos OMA. Estes resultados permitem inferir que será necessário um ajuste nos intervalos dos valores de referência dos OMA, nomeadamente, no que diz respeito ao intervalo de referência do parâmetro sacarose. Tal facto poderá ser devido às análises feitas para a elaboração do caderno de especificações terem utilizado somente massas frescas, ao contrário do que foi feito neste trabalho. Estes resultados mostram que é necessária a incorporação no intervalo dos valores de referência de amostras mais próximas do fim do prazo de validade, incluindo amostras produzidas em climas húmidos e muito secos.

A espectroscopia de infravermelho demonstrou ter um grande potencial de aplicação na análise dos OMA. As análises de MIR efetuadas em 2 equipamentos diferentes demonstraram a reprodutibilidade da análise. A aplicação da PCA nos espectros de MIR possibilitou a separação das amostras segundo os componentes maioritários dos OMA, água, gordura e sacarose. Este modelo apresenta consistência na separação de amostras, nomeadamente no quadrante PC1 positivo (sacarose), pois permite identificar amostras cujo teor de sacarose é elevado. A análise da PCA efetuada para os espectros de NIR demonstrou a capacidade desta análise para separar amostras de OMA segundo os parâmetros humidade e sacarose. Este trabalho abre a perspetiva de poder ser considerado num trabalho futuro uma abordagem que permita a quantificação dos parâmetros das amostras de OMA analisadas por espectroscopia de infravermelho.

Em conclusão, este trabalho mostrou que a espectroscopia de infravermelho pode ser utilizada para uma fase de avaliação rápida, em tempo real dos OMA permitindo que, pela análise dos sinais espectroscópicos dos parâmetros humidade, sacarose e gordura, seja possível uma verificação das amostras conformes. Tal permitirá a redução do número de amostras a avaliar pelo método químico, e assim tornar o processo de certificação mais rápido e eficiente.



## **5. BIBLIOGRAFIA**



1. Naia, P. and Silva, J.F., *Caderno de Especificações de e Obrigações de Ovos Moles de Aveiro*, 2003, APOMA.
2. *Ovos-Moles de Aveiro: O primeiro produto de pastelaria certificado pela Comissão Europeia* 2010 [consultado em 19/12/2011]; Disponível em: <http://realbeiralitoral.blogspot.com/2010/07/ovos-moles-de-aveiro-o-primeiro-produto.html>.
3. Guilmineau, F., Krause, I. and Kulozik, U., *Efficient analysis of egg yolk proteins and their thermal sensitivity using sodium dodecyl sulfate polyacrylamide gel electrophoresis under reducing and nonreducing conditions*. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2005. 53(24) 9329-9336.
4. Belitz, H.-D. and Grosch, W., *Food Chemistry*. 4ª ed2009: Springer-Verlag.
5. Gladkowski, W., Kielbowicz, G., Chojnacka, A., Gil, M., Trziszka, T., Dobrzanski, Z. and Wawrzenczyk, C., *Fatty acid composition of egg yolk phospholipid fractions following feed supplementation of Lohmann Brown hens with humic-fat preparations*. Food Chemistry, 2011. 126(3) 1013-1018.
6. Oliveira, D.D., Baiao, N.C., Cancado, S.V., Grimaldi, R., Souza, M.R., Lara, L.J.C. and Lana, A.M.Q., *Effects of lipid sources in the diet of laying hens on the fatty acid profiles of egg yolks*. Poultry Science, 2010. 89(11) 2484-2490.
7. Poureslami, R., Raes, K., Huyghebaert, G., Batal, A.B. and De Smet, S., *Egg yolk fatty acid profile in relation to dietary fatty acid concentrations*. Journal of the Science of Food and Agriculture, 2012. 92(2) 366-372.
8. *Estrutura de lipoproteínas*. [consultado em 26/01/2012]; Disponível em: <http://withfriendship.com/user/sathvi/lipoprotein.php>.
9. Nimalaratne, C., Lopes-Lutz, D., Schieber, A. and Wu, J.P., *Free aromatic amino acids in egg yolk show antioxidant properties*. Food Chemistry, 2011. 129(1) 155-161.
10. Nelson, D.L. and Cox, M.M., *Lehninger: Principles of Biochemistry*. 4ª ed2005: W. H. Freeman & Company.
11. *Estrutura da Sacarose*. 21/12/2011 [consultado em; Disponível em: <http://pt.wikipedia.org/wiki/Ficheiro:Saccharose.svg>.
12. Ergun, R., Lietha, R. and Hartel, R.W., *Moisture and Shelf Life in Sugar Confections*. Critical Reviews in Food Science and Nutrition, 2010. 50(2) 162-192.



13. Featherstone, S., *Food Biodeterioration and Preservation* G.S. Tucker, Editor 2008, Backweell Plubishing Ltd.
14. Pomeranz, Y. and Meloan, C., *Food Analysis: Theory and Practice*. 3<sup>a</sup> ed1994: Chapman & Hall.
15. Forsythe, S.J. and Hayes, P.R., *Food Hygiene, Microbiology and HACCP*. 3<sup>a</sup> ed1998: Aspen. 93.
16. Chen, X.D., *Drying as means of controlling Food Biodeterioration*, in *Food Biodeterioration and Preservation* G.S. Tucker, Editor 2008, Backweell Publishing Ltd. 137-138.
17. Silva, F.A.M., Borges, M.F.M. and Ferreira, M.A., *Métodos para avaliação do grau de oxidação lipídica e da capacidade antioxidante*. Química Nova, 1999. 22(1).
18. Purlis, E., *Browning development in bakery products - A review*. Journal of Food Engineering, 2010. 99(3) 239-249.
19. Hodge, J.E., *Dehydrated Foods - Chemistry of Browning Reactions in Model Systems*. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 1953. 1(15) 928-943.
20. Villamiel, M., Del Castillo, M.D. and Corzo, N., *Browning Reactions*, in *Food Biochemistry and Food Processing*, Y.H. Hui, Editor 2006, Blackwell Publishing.
21. Wageningen University. *Reação de Maillard*. [consultado em 28/01/2012]; Disponível em: <http://www.food-info.net/uk/colour/maillard.htm>.
22. *Protecção das indicações geográficas e denominações de origem dos produtos agrícolas e dos géneros alimentícios*, in *Regulamento (CE) N° 510/2006*2006, Jornal Oficial da União Europeia.
23. *Rótulos Oficiais de Qualidade*. 2005-2012 [consultado em 28/11/2012]; Disponível em: <http://www.dolceta.eu/portugal/Mod5/Rotulos-oficiais-de-qualidade.html>.
24. *Marca de Certificação Sagilab*. [consultado em 28/01/2012]; Disponível em: <http://www.sagilab.com/portugues/occp.html>.
25. *Logótipo da Associação de Produtores de Ovos Moles de Aveiro*. [consultado em 28/01/2012]; Disponível em: <http://www.aveiro.eu/page.asp?lg=pt&pid=7>.
26. Stuart, B., *Infrared Spectroscopy: Fundamentals and Aplications*2004, University of Technology, Australia: John Wiley & Sons, Ltd.

27. Man, Y.B.C., Abidin, S.Z. and Rohman, A., *Discriminant Analysis of Selected Edible Fats and Oils and Those in Biscuit Formulation Using FTIR Spectroscopy*. Food Analytical Methods, 2011. 4(3) 404-409.
28. Man, Y.B.C., Syahariza, Z.A., Mirghani, M.E.S., Jinap, S. and Bakar, J., *Analysis of potential lard adulteration in chocolate and chocolate products using Fourier transform infrared spectroscopy*. Food Chemistry, 2005. 90(4) 815-819.
29. Oussama, A., Elabadi, F., Platikanov, S., Kzaiber, F. and Tauler, R., *Detection of Olive Oil Adulteration Using FT-IR Spectroscopy and PLS with Variable Importance of Projection (VIP) Scores*. Journal of the American Oil Chemists Society, 2012. 89(10) 1807-1812.
30. Rohman, A. and Man, Y.B.C., *The use of Fourier transform mid infrared (FT-MIR) spectroscopy for detection and quantification of adulteration in virgin coconut oil*. Food Chemistry, 2011. 129(2) 583-588.
31. Syahariza, Z.A., Che Man, Y.B., Selamat, J. and Bakar, J., *Detection of lard adulteration in cake formulation by Fourier Transform infrared (FTIR) spectroscopy*. Food Chemistry, 2005. 92 365-371.
32. Shiroma, C. and Rodriguez-Solona, L., *Application of NIR and MIR spectroscopy in quality control of potato chips*. Journal of Food Composition and Analysis, 2009. 22(6) 596-605.
33. Di Egidio, V., Sinelli, N., Giovanelli, G., Moles, A. and Casiraghi, E., *NIR and MIR spectroscopy as rapid methods to monitor red wine fermentation*. European Food Research and Technology, 2010. 230(6) 947-955.
34. Madigan, T., Kiermeier, A., Lopes, M.D. and Cozzolino, D., *The Effect of Homogenisation and Storage on the Near-Infrared Spectra of Half Shell Pacific Oysters (Crassostrea gigas)*. Food Analytical Methods, 2012. 5(5) 995-1002.
35. Edmund, Optics and Inc. *Optics 101: Level 1 Theoretical Foundations* 2011 [consultado em 10/01/2012]; Disponível em: <http://www.edmundoptics.com/technical-support/optics/optics-101-level-1-theoretical-foundations/>.
36. Pavia, D.L., Lampman, G.M., Kriz, G.S. and Vyvyan, J.R., *Introduction to Spectroscopy*. 4ª ed2009: Brooks/Cole Cengage Learning.

37. Coates, J., *Interpretation of Infrared Spectra, A Practical Approach*, in *Encyclopedia of Analytical Chemistry*, R.A. Meyers, Editor, John Wiley & Sons Ltd.: USA.
38. Dúfour, E., *Principles of Infrared Spectroscopy*, in *Infrared Spectroscopy for Food Quality Analysis Control*, D.-W. Sun, Editor 2009, Elsevier Inc.
39. Paiva, M.C. *Espectroscopia de Infravermelho*. 2006 [consultado em 27/01/2012]; Disponível em: <http://www.dep.uminho.pt/mcpaiva/pdfs/CCP/0607F07.pdf>.
40. Karoui, R., Downey, G. and Blecker, C., *Mid-Infrared Spectroscopy Coupled with Chemometrics: A Tool for the Analysis of Intact Food Systems and the Exploration of Their Molecular Structure-Quality Relationships - A Review*. *Chemical Reviews*, 2010. 110(10) 6144-6168.
41. Osborne, B.G., *Near-infrared Spectroscopy in Food Analysis*, in *Encyclopedia of Analytical Chemistry*, R.A. Meyers, Editor, John Wiley & Sons Ltd.: Chichester.
42. Brereton, R.G., *Chemometrics: Data Analysis for the Laboratory and Chemical Plant*. University of Bristol, UK2003: John Wiley & Sons, Ltd.
43. Jolliffe, I., *Principal component analysis*. 2nd Edition ed1986, New York: Springer-Verlag.
44. Naia, P., Parreira, C., Barros, A., Nunes, A. and Coimbra, M.A., *Análise dos Ovos Moles de Aveiro, realizado para a APOMA*, 2000a, Universidade de Aveiro.
45. Naia, P., Parreira, C., Barros, A., Alvelos, H., Rocha, S., Mendo, S. and Coimbra, M.A., *Análise dos Ovos Moles de Aveiro – Ensaio químicos a massas de novos produtores, segurança alimentar, valor nutritivo, estimativa do conteúdo em colesterol, provas organolépticas, realizado para a APOMA*, 2001, Universidade de Aveiro.
46. Naia, P., Parreira, C., Barros, A., Mendo, S. and Coimbra, M.A., *Análise da Massa de Ovos Moles de Aveiro– 2ª fase, realizado para a APOMA*, 2000b, Universidade de Aveiro.
47. *Montagem do método de Soxhlet*. [consultado em 29/01/2012]; Disponível em: <http://www.scilabware.com/Extraction-&-Fractionation/Soxhlet--Extraction/Soxhlet-complete-assemblies/p-51-52-208/>.

48. Dubois, M., Gilles, K.A., Hamilton, J.K., Rebers, P.A. and Smith, F., *Colorimetric method for determination of sugars and related substances*. Analytical Chemistry, 1956. 28(3) 350-356.
49. Barros, A., *Contribution à la sélection et la comparaison de variables caractéristiques*, 1999, Institut National Agronomique Paris-Grignon.
50. Pearson, D., *Técnicas de Laboratorio para el Análisis de Alimentos*. 2ª ed 1993, Zaragoza, Espanha: Acribia, S.A.
51. Ramalhosa, M.J., Paiga, P., Morais, S., Alves, M.R., Delerue-Matos, C. and Oliveira, M., *Lipid content of frozen fish: Comparison of different extraction methods and variability during freezing storage*. Food Chemistry, 2012. 131(1) 328-336.
52. Perez-Palacios, T., Ruiz, J., Martin, D., Muriel, E. and Antequera, T., *Comparison of different methods for total lipid quantification in meat and meat products*. Food Chemistry, 2008. 110(4) 1025-1029.
53. Fourier, E., *Colorimetric Quantification of Carbohydrates*, in *Current Protocols in Food Analytical Chemistry* 2001, John Wiley & Sons, Inc.
54. Dupuy, N., Galtier, O., Le Dreau, Y., Pinatel, C., Kister, J. and Artaud, J., *Chemometric analysis of combined NIR and MIR spectra to characterize French olives*. European Journal of Lipid Science and Technology, 2010. 112(4) 463-475.
55. Mirghani, M.E.S., Kabbashi, N.A., Alam, M.Z., Qudsieh, I.Y. and Alkatib, M.F.R., *Rapid Method for the Determination of Moisture Content in Biodiesel Using FTIR Spectroscopy*. Journal of the American Oil Chemists Society, 2011. 88(12) 1897-1904.
56. Safar, M., Bertrand, D., Robert, P., Devaux, M.F. and Genot, C., *Characterization of edible oils, butters and margarines by Fourier-Transform infrared-spectroscopy with attenuated total reflectance*. Journal of the American Oil Chemists Society, 1994. 71(4) 371-377.
57. Barros, A.S., Pinto, R., Bouveresse, D.J.-R. and Rutledge, D.N., *Principal component transform - Outer product analysis in the PCA context*. Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems, 2008. 93(1) 43-48.

58. Carbonaro, M. and Nucara, A., *Secondary structure of food proteins by Fourier transform spectroscopy in the mid-infrared region*. *Amino Acids*, 2010. 38(3) 679-690.
59. De Marchi, M., Fagan, C.C., O'Donnell, C.P., Cecchinato, A., Dal Zotto, R., Cassandro, M., Penasa, M. and Bittante, G., *Prediction of coagulation properties, titratable acidity, and pH of bovine milk using mid-infrared spectroscopy*. *Journal of Dairy Science*, 2009. 92(1) 423-432.
60. Kuhnen, S., Ogliari, J.B., Dias, P.F., Boffo, E.F., Correia, I., Ferreira, A.G., Delgadillo, I. and Maraschin, M., *ATR-FTIR spectroscopy and chemometric analysis applied to discrimination of landrace maize flours produced in southern Brazil*. *International Journal of Food Science and Technology*, 2010. 45(8) 1673-1681.
61. Subramanian, A., Harper, W.J. and Rodriguez-Saona, L.E., *Cheddar cheese classification based on flavor quality using a novel extraction method and Fourier transform infrared spectroscopy*. *Journal of Dairy Science*, 2009. 92(1) 87-94.
62. Vesela, A., Barros, A.S., Synytsya, A., Delgadillo, I., Copikova, J. and Coimbra, M.A., *Infrared spectroscopy and outer product analysis for quantification of fat, nitrogen, and moisture of cocoa powder*. *Analytica Chimica Acta*, 2007. 601(1) 77-86.
63. Duarte, I.F., Barros, A., Delgadillo, I., Almeida, C. and Gil, A.M., *Application of FTIR spectroscopy for the quantification of sugars in mango juice as a function of ripening*. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 2002. 50(11) 3104-3111.
64. Brzezinski, S. and Ludwicki, M., *Measurement of sucrose concentration by infrared spectroscopy*. *Listy Cukrovarnicke a Reparske*, 2008. 124(3) 93-95.
65. Ribeiro, G.C., Costa, T.M.H., Pereira, A.S., Cassol, L.A., Perottoni, C.A. and Balzaretto, N.M., *In situ infrared spectroscopy study of sucrose up to 14 GPa*. *Vibrational Spectroscopy*, 2011. 57(1) 152-156.
66. Tewari, J.C. and Malik, K., *In situ laboratory analysis of sucrose in sugarcane bagasse using attenuated total reflectance spectroscopy and chemometrics*. *International Journal of Food Science and Technology*, 2007. 42(2) 200-207.
67. Wang, J., Kliks, M.M., Jun, S., Jackson, M. and Li, Q.X., *Rapid Analysis of Glucose, Fructose, Sucrose, and Maltose in Honeys from Different Geographic*

- Regions using Fourier Transform Infrared Spectroscopy and Multivariate Analysis.* Journal of Food Science, 2010. 75(2) C208-C214.
68. Collell, C., Gou, P., Arnau, J. and Comaposada, J., *Non-destructive estimation of moisture, water activity and NaCl at ham surface during resting and drying using NIR spectroscopy.* Food Chemistry, 2011. 129(2) 601-607.
  69. Hans, B.-P., *Analysis of water in food by near infrared spectroscopy.* Food Chemistry, 2003. 82(1) 107-115.
  70. Collell, C., Gou, P., Picouet, P., Arnau, J. and Comaposada, J., *Feasibility of near-infrared spectroscopy to predict a(w) and moisture and NaCl contents of fermented pork sausages.* Meat Science, 2010. 85(2) 325-330.
  71. Khodabux, K., Sophia, M., L'Omelette, S., Jhaumeer-Laulloo, S., Ramasami, P. and Rondeau, P., *Chemical and near-infrared determination of moisture, fat and protein in tuna fishes.* Food Chemistry, 2007. 102(3) 669-675.
  72. Shao, Y., Cen, Y., He, Y. and Liu, F., *Infrared spectroscopy and chemometrics for the starch and protein prediction in irradiated rice.* Food Chemistry, 2011. 126(4) 1856-1861.
  73. Rodriguez-Saona, L.E., Fry, F.S., McLaughlin, M.A. and Calvey, E.M., *Rapid analysis of sugars in fruit juices by FT-NIR spectroscopy.* Carbohydrate Research, 2001. 336(1) 63-74.
  74. Xie, L., Ye, X., Liu, D. and Ying, Y., *Quantification of glucose, fructose and sucrose in bayberry juice by NIR and PLS.* Food Chemistry, 2009. 114(3) 1135-1140.



## **6. ANEXOS**





## Anexo A – Folha de Prova [1]



Associação de Produtores de Ovos Moles de Aveiro

Mercado Municipal  
de Santiago, 106 1º A|AB  
3810 - 145 Aveiro  
Portugal

Tel./Fax: +351 234 428 829  
Email: apoma@sapo.pt  
www.apoma.pt

Amostra: \_\_\_\_\_ Proveedor: \_\_\_\_\_ Data: \_\_\_\_\_

### OBSERVE A AMOSTRA

Coloque um X no número que considera definir melhor o produto que tem à sua frente.

1- O BRILHO da amostra é:

0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
0- Péssimo					5- Aceitável			10- Optimo		

2- A COR da amostra é:

0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
0- Péssima					5- Aceitável			10- Optima		

3- O CHEIRO da amostra é:

0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
0- Péssimo					5- Aceitável			10- Optimo		

4- A APARÊNCIA da amostra é:

0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
0- Péssima					5- Aceitável			10- Optima		

### PROVE A AMOSTRA

5- A QUANTIDADE DE GRÂNULOS na amostra é:

0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
0- Péssima					5- Aceitável			10- Optima		

6- A CONSISTÊNCIA da amostra é:

0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
0- Péssima					5- Aceitável			10- Optima		

7- O SABOR da amostra é:

0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
0- Péssimo					5- Aceitável			10- Optimo		

### APRECIÇÃO GLOBAL

8- A amostra é um produto:

0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
0- Péssimo					5- Aceitável			10- Optimo		

Este produto é representativo dos OVOS MOLES DE AVEIRO: Sim \_\_\_ Não \_\_\_

Elaborado por: Patrícia Nela

Aprovado por: Gerência

Data: Novembro de 2011



Proibida a cópia parcial ou integral deste doc. sem a prévia  
autorização da APOMA

MOD.06.e01.r00 Página 1

## Anexo B – Relatório de Ensaio

Departamento de Química, Universidade de Aveiro  
Campus de Santiago  
3810-193 Aveiro  
Telefone 234370706; Fax 234370084  
mac@ua.pt

### Relatório de ensaio

Relatório # 001/2012  
Data de emissão: 0 de MÊS de 2012

**SAGILAB- O.C.C.P.**  
**R. ANIBAL CUNHA, 84 L5**

REQUISITADO por: **4050 – 046 PORTO**

AMOSTRA	Vª REFERÊNCIA	ACONDICIONAMENTO	
Ovos Moles de Aveiro (unidades em hóstia)	000 Data de fabrico: 0/0/2012	Colheita: Foi efetuada por técnico da Sagilab	
		Data receção: 0/0/2012	
		Data início de ensaio: 0/0/2012	
ENSAIO	MÉTODO	RESULTADO	VALORES REFERÊNCIA*
Humidade (%)	Caderno de Especificações OMA	Média ± d.p.	26 - 32
Atividade de água	Caderno de Especificações OMA	Média ± d.p.	0,838 - 0,890
Matéria gorda (%)	Caderno de Especificações OMA	Média ± d.p.	14 - 20
Proteína (%)	Caderno de Especificações OMA	Média ± d.p.	3,1 - 5,3
Sacarose (%)	Caderno de Especificações OMA	Média ± d.p.	36 - 46

\*Valores de referência relativos à massa dos Ovos Moles de Aveiro que constam do Caderno de Especificações dos Ovos Moles de Aveiro – IGP, 2005.

#### Avaliação

##### COMENTÁRIOS

Os parâmetros analisados estão dentro dos valores de referência do Caderno de Especificações dos Ovos Moles de Aveiro – IGP.

##### APRECIACÃO FINAL

A amostra é representativa dos Ovos Moles de Aveiro.

Prof. Doutor Manuel António Coimbra – Responsável Técnico  
0/0/2012

## Anexo A – Folha de Prova [1]



Associação de Produtores de Ovos Moles de Aveiro

Mercado Municipal  
de Santiago, 106 1º A|4B  
3810 - 148 Aveiro  
Portugal

Tel./Fax: +351 234 428 829  
Email: apoma@saapo.pt  
www.apoma.pt

Amostra: \_\_\_\_\_ Proveedor: \_\_\_\_\_ Data: \_\_\_\_\_

### OBSERVE A AMOSTRA

Coloque um X no número que considera definir melhor o produto que tem à sua frente.

1- O BRILHO da amostra é:

0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
0- Péssimo					5- Aceitável			10- Optimo		

2- A COR da amostra é:

0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
0- Péssima					5- Aceitável			10- Optima		

3- O CHEIRO da amostra é:

0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
0- Péssimo					5- Aceitável			10- Optimo		

4- A APARÊNCIA da amostra é:

0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
0- Péssima					5- Aceitável			10- Optima		

### PROVE A AMOSTRA

5- A QUANTIDADE DE GRÂNULOS na amostra é:

0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
0- Péssima					5- Aceitável			10- Optima		

6- A CONSISTÊNCIA da amostra é:

0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
0- Péssima					5- Aceitável			10- Optima		

7- O SABOR da amostra é:

0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
0- Péssimo					5- Aceitável			10- Optimo		

### APRECIÇÃO GLOBAL

8- A amostra é um produto:

0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
0- Péssimo					5- Aceitável			10- Optimo		

Este produto é representativo dos OVOS MOLES DE AVEIRO: Sim \_\_ Não \_\_

Elaborado por: Patrícia Nala

Aprovado por: Gerência

Data: Novembro de 2011



Proibida a cópia parcial ou integral deste doc. sem a prévia  
autorização da APOMA

MOD.05.ed01.r00 Página 1

## Anexo B – Relatório de Ensaio

Departamento de Química, Universidade de Aveiro  
Campus de Santiago  
3810-193 Aveiro  
Telefone 234370706; Fax 234370084  
mac@ua.pt

### Relatório de ensaio

Relatório # 001/2012  
Data de emissão: 0 de MÊS de 2012

**SAGILAB- O.C.C.P.**  
**R. ANIBAL CUNHA, 84 L5**

REQUISITADO por: **4050 – 046 PORTO**

AMOSTRA	Vª REFERÊNCIA	ACONDICIONAMENTO	
Ovos Moles de Aveiro (unidades em hóstia)	000 Data de fabrico: 0/0/2012	Colheita: Foi efetuada por técnico da Sagilab	
		Data receção: 0/0/2012	
		Data início de ensaio: 0/0/2012	
ENSAIO	MÉTODO	RESULTADO	VALORES REFERÊNCIA*
Humidade (%)	Caderno de Especificações OMA	Média ± d.p.	26 - 32
Atividade de água	Caderno de Especificações OMA	Média ± d.p.	0,838 - 0,890
Matéria gorda (%)	Caderno de Especificações OMA	Média ± d.p.	14 - 20
Proteína (%)	Caderno de Especificações OMA	Média ± d.p.	3,1 - 5,3
Sacarose (%)	Caderno de Especificações OMA	Média ± d.p.	36 - 46

\*Valores de referência relativos à massa dos Ovos Moles de Aveiro que constam do Caderno de Especificações dos Ovos Moles de Aveiro – IGP, 2005.

#### Avaliação

##### COMENTÁRIOS

Os parâmetros analisados estão dentro dos valores de referência do Caderno de Especificações dos Ovos Moles de Aveiro – IGP.

##### APRECIÇÃO FINAL

A amostra é representativa dos Ovos Moles de Aveiro.

Prof. Doutor Manuel António Coimbra – Responsável Técnico  
0/0/2012