

MANUAL DE PROCEDIMENTO OPERACIONAL PADRÃO

CIÊNCIA E TECNOLOGIA DOS ALIMENTOS

Brasília - DF
2022

APRESENTAÇÃO

No Laboratório de Ciência e Tecnologia dos Alimentos são desenvolvidas pesquisas como, composição centesimal de alimentos, determinação de compostos bioativos, pesquisa de potencial antioxidante de alimentos e extratos vegetais e tecnologia de produção de alimentos. O laboratório é utilizado para atividades de ensino como aulas práticas, minicursos, trabalhos de conclusão de cursos, estágios e suporte para os laboratórios de Parasitologia, Microbiologia e Análises Clínicas.

Está localizado no Campus I da Universidade Católica de Brasília, no Bloco São Gaspar Bertoni (Bloco M), sala 125. Conta com uma área total de 158,69 m², dividida em área de uso comum (com bancadas, pias, armários e mobiliário), área interlab (com bancadas e armários e materiais de uso mais restrito), uma sala utilizada para armazenamento de produtos químicos, uma câmara fria.

SUMÁRIO

1. OBJETIVO	5
2. RESPONSABILIDADE.....	5
2.1 CURSOS QUE UTILIZAM O LABORATÓRIO	5
2.2 PESSOAS ENVOLVIDAS DIRETAMENTE COM O LABORATÓRIO.....	5
2.3 PLANO DE AVALIAÇÃO PERIÓDICA DOS ESPAÇOS	5
2.4 PLANO DE MANUTENÇÃO E GUARDA PATRIMONIAL.....	5
2.5 PLANO DE LIMPEZA E ORGANIZAÇÃO.....	5
2.6 PLANO DE ATUALIZAÇÃO DOS EQUIPAMENTOS.....	6
2.7 AGENDAMENTO DE AULAS PRÁTICAS	6
2.8 CURSOS QUE UTILIZAM O LABORATÓRIO:.....	6
3. NORMAS DO LABORATÓRIO.....	5
4. PLANOS DE AÇÃO.....	6
5. ATIVIDADES DESENVOLVIDAS	6
FUNDAMENTOS DA CIÊNCIA DOS ALIMENTOS	6
TECNOLOGIA DE ALIMENTOS.....	6
ANÁLISE DE ALIMENTOS	6
TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO (EXECUÇÃO DE PARTE PRÁTICA, QUANDO INSERIDA EM PROJETO DE PESQUISA).	
6. PROCEDIMENTOS	6
6.1 EQUIPAMENTOS DE PROTEÇÃO INDIVIDUAL – EPI.....	6
6.1.2 EQUIPAMENTOS DE PROTEÇÃO COLETIVA – EPC	7
6.1.3 HIGIENIZAÇÃO/DESINFECÇÃO	8
7. OPERAÇÃO DE EQUIPAMENTOS	9
6.1.1 PHMETRO DE BANCADA (PG 1800 GEHAKA)	9
6.1.2 ESPECTROFOTÔMETRO (UV-2100 / UNICO).....	12
6.1.3 AGITADOR DE PENEIRAS PARA ANÁLISE GRANULOMÉTRICA (N. 1435 BERTEL)	
13	
6.1.8 MICROSCÓPIO OLYMPUS	19
6.2 SELOVAC (200S).....	20
6.2.1 BALANÇA	21
6.2.2 AGITADOR MAGNÉTICO COM AQUECIMENTO	21
6.2.3 BANHO MARIA.....	21
6.3.2 HPLC - HIGH PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPHY \ CROMATOGRAFIA LÍQUIDA DE ALTA PERFORMANCE.....	26
8. TÉCNICAS REALIZADAS NO LABORATÓRIO	35
Métodos de Análises de Alimentos	35
7.1.4 DETERMINAÇÃO DE GORDURA - MÉTODO COM EXTRATOR SOXHLET.....	40
7.1.5 DETERMINAÇÃO DE FIBRAS.....	41
7.1.8 IDENTIFICAÇÃO E QUANTIFICAÇÃO DE SUBSTÂNCIAS BIOATIVAS EM ALIMENTOS POR HPLC	4

9		
7.2.2	CONTROLE DE QUALIDADE DE LEITE FLUIDO.....	56
7.2.5	ANÁLISE DE CONTROLE DE QUALIDADE DE SUCOS E BEBIDAS	
	63
7.2.8	CONTROLE DE QUALIDADE DE ÓLEOS.....	71
7.2.9	CONTROLE DE QUALIDADE PARA PRODUTOS CÁRNEOS.....	76
7.3.3	FABRICAÇÃO DE PRESUNTO COZIDO.....	84
7.3.4	BRANQUEAMENTO DE VEGETAIS.....	85
7.3.5	PRODUÇÃO DE CONSERVA.....	87
7.3.6	PRODUÇÃO DE GELÉIA.....	89

3

9.	COLETAS, ACONDICIONAMENTO E RECOLHIMENTO DOS RESÍDUOS	
	91	
10.	CONDUTAS A SEREM ADOTADAS EM CASOS DE ACIDENTES.....	91
11.	CONTATOS DE EMERGÊNCIA.....	92
12.	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	92

EMISSÃO		22/06/2018
Elaboração: Marcos Sodré	Assinatura ou Rubrica	Data: 22/06/2018
Revisão: Giseli Kelly de Melo Oliveira Gomes	Assinatura ou Rubrica	Data: 16/12/2022
Aprovação: Thalita Tormin ouglas Albernaz	Assinatura ou Rubrica	Data:

1. OBJETIVO

Descrever de forma simples e objetiva as técnicas, atividades e operações realizadas no laboratório.

2. RESPONSABILIDADE

2.1 Cursos que utilizam o laboratório

- Agronomia
- Biomedicina
- Ciências Biológicas
- Farmácia
- Engenharia Ambiental
- Nutrição
- Gastronomia
- Química
- Odontologia
- Medicina Veterinária

2.2 Pessoas envolvidas diretamente com o laboratório

- Técnicos:
Giseli Kelly de Melo Oliveira Gomes

2.3 Plano de avaliação periódica dos espaços

A verificação dos laboratórios é feita diariamente pelo técnico que identificando algum problema de infraestrutura abrirá um chamado via sistema SISPREL para que a equipe de manutenção providencie os reparos necessários.

2.4 Plano de manutenção e guarda patrimonial

Anteriormente ao início do semestre a limpeza dos equipamentos e geladeiras são feitos, e se necessário, as calibrações internas de equipamentos específicos sempre no início e no fim dos semestres afim de preparar os equipamentos para início das aulas práticas.

2.5 Plano de limpeza e organização

O piso é limpo todos os dias pelos servidores do serviço de limpeza e conservação, conforme escala estabelecida pela gestão de Higienização da UCB.

As bancadas são limpas com sabão neutro e álcool 70° no início e ao término de todas as aulas. Equipamentos e materiais são encaminhados para a limpeza e desinfecção ao término de cada aula (ex: tubos de ensaio, espátulas, almotolias etc.), primeiramente ficam por cerca de 24h de molho em solução de cloro a 1%, em seguida são enxaguados

e lavados normalmente com sabão neutro e novamente enxaguados com água corrente e preferivelmente pelo menos três enxagues com água destilada. No caso de derramamento de fluidos biológicos dentro de equipamentos (centrífugas, estufas etc.) deve imediatamente ser descontaminados com hipoclorito 1% e em seguida passar álcool 70%.

O laboratório possui identificações quanto ao que está em cada armário e gaveta, bem como os riscos químicos e biológicos.

2.6 Plano de atualização dos equipamentos

Anualmente ocorre uma previsão orçamentária de Investimentos para o laboratório, seu grau de importância e urgência.

2.7 Agendamento de aulas práticas

Ao início do semestre é solicitado aos professores que utilizam os laboratórios, bem como os coordenadores dos cursos, os planos de ensino com as datas e roteiros das práticas. O agendamento é solicitado por email para o reservasala@ucb.br e são acompanhadas via sistema VBI, bem como planilha compartilhada com os laboratórios de Microbiologia, Parasitologia e Tecnologia de Alimentos para controle pessoal.

3. NORMAS DO LABORATÓRIO

- Não é permitida a presença de pessoas não autorizadas no laboratório.
- A chave do laboratório está na responsabilidade do técnico do laboratório ou professor e somente será liberada aos alunos e pesquisadores que tiverem autorização prévia da coordenação do curso junto à gestão do EAP's.
- É obrigatório o uso de EPI – Equipamento de Proteção Individual (jaleco, sapato fechado, calça comprida e luvas, sempre durante a realização de qualquer procedimento, além de touca, máscara e óculos de segurança, caso se faça necessário) dentro do laboratório (Portaria da reitoria nº 143 NR06).
- Fica proibido a entrada e permanência do aluno que estiver com sandália, sapato que não cubra totalmente os pés, shorts, saias, bermudas, cropped, salto alto, tamanco e similares.
- Todos os alunos que utilizarem o laboratório devem ser orientados pelo professor e técnico quanto ao seu funcionamento antes do início das atividades no laboratório.
- É proibida a entrada e o consumo de qualquer tipo de alimento ou bebida no laboratório.
- Após os procedimentos realizados no laboratório o aluno deverá deixá-lo limpo, organizado e verificar se desligou todos os equipamentos que utilizou.
- Guardar objetos de uso pessoal como mochilas, bolsas, materiais de aula nos armários ou locais específicos. Não é permitido manter estes materiais em cima das bancadas durante a realização das atividades do laboratório.

4. PLANOS DE AÇÃO

- Plano de avaliação periódica dos espaços: A verificação do laboratório é feita diariamente, e quando acontece alguma divergência é aberto um chamado via SISPREM para que a equipe de manutenção providencie os reparos necessários.
- Plano de Manutenção e Guarda Patrimonial: Fazemos verificações e se necessário, as calibrações internas de equipamentos específicos sempre no início e no fim do semestre afim de preparar os equipamentos para o inícios das aulas práticas.
- Plano de limpeza e organização: A organização e limpeza é realizada diariamente antes e após de todas as aulas práticas realizadas no laboratório.
- Plano de atualização dos equipamentos: A reposição dos equipamentos é feita sob substituição e atualização do mesmo no decorrer do uso durante as aulas.
- Agendamento para aulas práticas: Todo início de semestre os professores repassam para os técnicos as disciplinas que serão desenvolvidas no laboratório e posteriormente é enviado o e-mail para reservasala@ucb.br para serem incluídas e controladas no sistema VBI.

5. ATIVIDADES DESENVOLVIDAS

Aulas práticas, trabalhos de conclusão de cursos (Inseridos em projetos de pesquisa),estágios obrigatórios, minicursos

AULAS PRÁTICAS

- Fundamentos da Ciência dos Alimentos
- Tecnologia de Alimentos
- Análise de alimentos
- Trabalho de Conclusão de Curso (execução de parte prática, quando inserida em projeto de pesquisa).

6. PROCEDIMENTOS

5.1 Equipamentos de Proteção Individual – EPI

É obrigatório, para todos os usuários do Laboratório de Ciência e Tecnologia dos Alimentos, o uso dos equipamentos de proteção individual (jaleco, luvas, óculos de proteção, máscara, touca) durante a realização de quaisquer trabalhos experimentais.

A frequência do uso de cada equipamento será de acordo com os riscos das atividades realizadas:

- Jalecos: Durante todas as atividades do laboratório.
- Luvas: Ao manipular amostras de trabalho, realizar análises ou lavar vidrarias e utensílios.
- Óculos de proteção: ao manipular substâncias que provocam irritação ou quando há risco de contato com os olhos.
- Máscara (Respirador Purificador de Ar): ao manipular substâncias voláteis e tóxicas.
- Touca: Ao realizar atividades de tecnologia de alimentos.

5.1.2 Equipamentos de Proteção Coletiva – EPC

É obrigatório, para todos os usuários do Laboratório de Ciência e Tecnologia dos Alimentos, o uso dos equipamentos de proteção Coletiva (Chuveiro de segurança, lava olhos e capela de fluxo laminar) durante a realização de quaisquer trabalhos experimentais.

A Frequência do uso de cada equipamento será de acordo com os riscos das atividades realizadas.

- **Fluxo Laminar:** Deve ser utilizada toda vez que o técnico precisar manipular algum reagente volátil ou uma mistura que seja perigosa. É importante que a cabine esteja funcionando no mínimo 30 minutos antes do início do trabalho e permaneça ligada mais 30 minutos após a conclusão do trabalho e ser submetida a processo de limpeza, descontaminação e desinfecção, nas paredes laterais e internas e superfície de trabalho antes do início das atividades, na ocorrência de acidentes e derramamentos de respingos e após as atividades. Para utilizá-lo proceder conforme a descrição abaixo:
 1. Limpar o interior do equipamento com bucha e sabão;
 2. Higienizá-lo com álcool 70%;
 3. Ligar o fluxo acionando a chave metálica para cima, a qual está localizada na parte externa à direita do Fluxo Laminar;
 4. Após 30 minutos ligar a luz, acionando a chave metálica para a esquerda, a qual está localizada na parte interna e superior;
 5. Ao término do procedimento acionar a chave metálica externa para baixo, desligando assim o Fluxo e a chave metálica interna para a direita para desligar a luz.
- **Lava-olhos de Emergência:** É um equipamento utilizado para acidentes na mucosa ocular, o jato de água deve ser forte e dirigido aos olhos. Quando ocorrer acidente com derrame de material nos olhos, estes devem ser lavados por, no mínimo 15 minutos, para remoção

da substância, reduzindo danos ao indivíduo. Para utilizá-lo basta seguir as instruções abaixo:

1. Acionar a alavanca “Empurre”, segurar as pálpebras bem abertas com os dedos, deixar a água em contato com os olhos por 15 minutos;
2. Procurar assistência médica imediatamente.

- **Chuveiro de Emergência:** Tem como objetivo fornecer uma ducha de água com um grande ângulo de abertura, para atingir totalmente o operador que sofreu um acidente com espirros de líquido corrosivo ou inflamável. Para utilizá-lo basta seguir as instruções abaixo:

1. Posicionar-se em baixo do crivo e acionar a haste tipo triângulo de acionamento;
2. Tomar uma ducha por 15 minutos. Despir-se caso a roupa estiver contaminada; Procurar assistência médica imediatamente.

OBS: Deve-se fazer teste de funcionamento, idealmente, uma vez por semana do Chuveiro de Emergência e do Lava Olhos. A limpeza também deve ser realizada semanalmente, com água potável, por meio de teste de acionamento com duração de pelo menos um minuto.

5.1.3 Higienização/Desinfecção

- O piso é limpo uma vez ao dia, todos os dias, pelos servidores do serviço de limpeza e conservação com desinfetante comum;
- As bancadas são limpas com álcool 70% ao término de todas as análises, bem como antes e após as aulas práticas. A limpeza geral das mesmas é feita duas vezes na semana com detergente multiuso e álcool 70%;
- Equipamentos são limpos semanalmente ou conforme a necessidade;
- A lavagem de vidrarias é realizada com detergente neutro próprio para evitar resíduos (Extran) após as realizações das análises;
- Locais infectados com materiais biológicos deverão ser descontaminados com solução de cloro a 1,0% ou álcool a 70%;
- Equipamentos e materiais são lavados ao término de cada aula e os resíduos de produtos químicos tratados conforme técnica adequada, de acordo com o Plano de Gerenciamento de Resíduos.

1. OPERAÇÃO DE EQUIPAMENTOS

6.1.1 pHMETRO DE BANCADA (PG 1800 GEHAKA)

INTRODUÇÃO

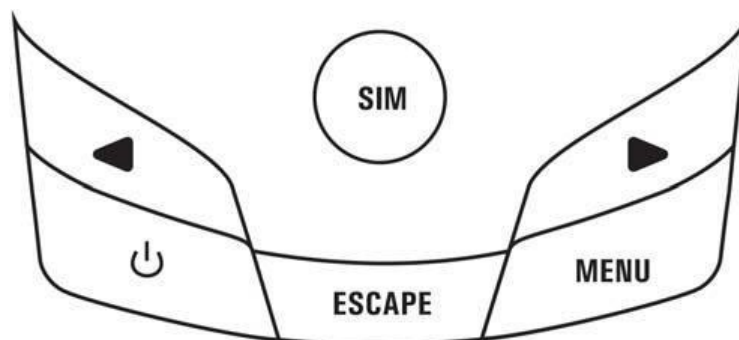
O pHmetro Digital Microprocessado Gehaka modelo PG 1800, é um instrumento para laboratório, preciso, rápido, de fácil calibração e compacto, que combina a possibilidade de medição de pH, Óxido redução (ORP) e Temperatura de uma amostra. Para medição de pH é disponibilizado a faixa de -2,0 a 20,0 Ph com a divisão selecionável de 0,001 pH em toda a faixa.

Possui compensação de temperatura automática de -20°C a 120°C, ou manual, bastando remover o sensor de temperatura e escolhendo a temperatura desejada.

Para a medição de óxido redução você dispõe de uma faixa de leitura de -1.999,9 mV a +1.999,9 mV, com uma divisão de 0,1 mV.

O pHmetro Digital Microprocessado Gehaka modelo PG 1800, pode ser usado em uma variedade enorme de aplicações, tais como: controle de qualidade da água, de soluções, formulações, processamento de alimentos, cosméticos e outros.

DESCRIÇÃO



- 1 - Tecla ON/OFF Liga e Desliga o PG 1800.
- 2 - Tecla SETA ESQUERDA Mostra função anterior. Diminui um valor.
- 3 - Tecla SIM Congela a leitura (função HOLD). Confirma a execução de uma operação ou valor.
- 4 - Tecla SETA DIREITA Mostra próxima função. Aumenta um valor
- 5 - Tecla MENU Entra no MENU. Permite calibrar o PG 1800 e efetuar outros ajustes ou configurar o instrumento.

6 - Tecla ESCAPE Permite abandonar o MENU. Também é usada para sair das funções sem alterar o valor.

Verificação do Eletrodo

1. Retire a borracha protetora;
2. Lave o eletrodo com água deionizada e seque com papel macio sem friccionar;
3. Verifique se não tem bolhas de ar na ponta sensível do eletrodo (se positivo agite devagar até ela subir);
4. Abra o respiro de borracha.

Ajuste de Soluções

Atualmente dispomos de Soluções Tampão com diversos valores e principalmente com um Certificado de Calibração que indica o valor real da Solução. De posse dessa informação podemos ajustar o valor do Padrão da Solução que será utilizado para ajustar o PG1800, obtendo dessa forma a maior precisão de leitura. O PG1800 trabalha com 3 Soluções Tampão para efetuar o ajuste, divididas em 3 faixas bem caracterizadas: Faixa Neutra, com pH entre 6 e 8pH; Faixa Ácida com pH entre -2 e 6pH e Faixa Básica com pH entre 8 e 20pH. Com isso podemos ajustar o PG1800 na faixa que vai interessar no uso, dando maior precisão à leitura. Para efetuar o ajuste das Soluções proceda da seguinte forma:

1. Com o PG1800 em operação acione a tecla MENU;
2. Procure pela função “5. Ajustar Soluções” usando as teclas SETA DIREITA OU ESQUERDA e tecle SIM para confirmar;
3. Irá surgir uma tela solicitando que seja informado o valor da Solução Ácida, tecle SIM para seguir;
4. O valor padrão de fábrica é 4,010. Para alterar esse valor utilize as teclas SETA DIREITA, soma uma divisão, ESQUERDA subtrai uma divisão, ESCAPE, multiplica por 10 o valor e finalmente MENU divide por 10 o valor. Dessa forma em poucos passos fazemos o ajuste do valor, confirmando com SIM no final. Solução Ácida Seguir SIM;
5. Irá surgir uma tela solicitando que seja informado o valor da Solução Neutra, tecle SIM para seguir;
6. O valor padrão de fábrica é 7,010. Para alterar esse valor utilize as teclas SETA DIREITA, soma uma divisão, ESQUERDA subtrai uma divisão, ESCAPE, multiplica por 10 o valor e finalmente MENU divide por 10 o valor. Dessa forma em poucos passos fazemos o ajuste do valor, confirmando com SIM no final;

7. Irá surgir uma tela solicitando que seja informado o valor da Solução Básica, tecla SIM para seguir;
8. O valor padrão de fábrica é 10,010. Para alterar esse valor utilize as teclas SETA DIREITA, soma uma divisão, ESQUERDA subtrai uma divisão, ESCAPE, multiplica por 10 o valor e finalmente MENU divide por 10 o valor. Dessa forma em poucos passos fazemos o ajuste do valor, confirmando com SIM no final;
9. Tecla SIM para confirmar. Todos estes valores serão armazenados na memória do PG1800;
10. No display aparecerá novamente “5. Ajustar Soluções”, tecla ESCAPE para abandonar o MENU;
11. O PG1800 voltará a indicar o pH e Temperatura.

Logo após mudar de tipo de solução não se esqueça de efetuar os procedimentos de ajuste, e nessa rotina será solicitado o jogo de soluções programado. Utilize a função “1. Ajustar pH”.

Ajustar pH

O Eletrodo combinado permite somente medições relativas de pH. Além disso, seus potenciais estão sujeitos a certos desvios no decorrer do tempo. Portanto é necessário, ajustar com soluções de referência ou buffer, com pH conhecido. Com este ajuste faremos a escala pH do instrumento coincidir com o sinal do eletrodo que estivermos usando. Este procedimento deverá ser feito pelo menos uma vez por semana ou com frequência maior, quando for necessário. **ATENÇÃO:** Durante o ajuste, limpe o eletrodo quando estiver mudando de uma solução para outra, enxague com água deionizada. Jamais guarde o eletrodo sem antes efetuar sua limpeza, e procure sempre mantê-los em solução de KCl. Para obtermos o melhor resultado, é importante que o sensor de temperatura esteja dentro da solução, para compensar o efeito de temperatura. Para efetuar o ajuste proceda:

1. Com o PG1800 em operação pressione a Tecla MENU;
2. A primeira opção do Menu é “1. Ajustar pH”, tecla SIM para confirmar;
3. Enxaguar o eletrodo utilizando uma Pisseta com água deionizada;
4. Será solicitado que se mergulhe o eletrodo na solução buffer neutro, normalmente de pH 7,01;
5. Acione a tela SIM, e o PG1800 indicará no Display que está processando a medida. Ele indicará uma contagem regressiva a partir de 120 segundos, aguarde. Durante esse período o PG1800 irá aguardar a estabilidade da leitura, se ela não ocorrer surgirá uma mensagem de erro no display e a função será abandonada. Isto pode acontecer se o tempo de resposta do sensor estiver muito alta. Neste caso troque o Eletrodo, ou entre em contato com a Assistência Técnica da Gehaka;

6. Enxaguar novamente o eletrodo utilizando uma Pisseta com água deionizada;
7. Em seguida será solicitada a solução tampão básica ou ácida, normalmente 4,01 ou 10,01. Coloque o eletrodo na solução e acione a tela SIM, e o PG1800 indicará no Display que está processando a medida. Novamente será iniciada uma contagem regressiva a partir de 120 segundos, aguarde;
8. Após alguns instantes aparecerá no display uma mensagem com o percentual qualidade do eletrodo;
9. Tecle SIM para finalizar o ajuste.

Preparando o PG para operar

1. Ajustar o suporte do eletrodo de forma que a ponta do eletrodo fique imersa dentro da solução que se deseja determinar o pH, aguardar o equilíbrio no display e efetuar a leitura. O nível de amostra deverá ser o suficiente para cobrir um ponto branco que existe na lateral do sensor;
2. Após cada medição, enxaguar bem o eletrodo com água deionizada;
3. Manter o eletrodo de pH dentro de uma solução de KCl 3 molar. Este procedimento não desgasta o eletrodo e melhora seu tempo de resposta;
4. No display aparecerá a indicação do valor do pH e a temperatura da solução;
5. Se teclar SETA DIREITA/ESQUERDA PG 1800 passará a indicar o valor de mV ou ORP.

6.1.2 ESPECTROFOTÔMETRO (UV-2100 / UNICO)

Procedimentos de Operação

1. Ligue o instrumento na tomada;
2. Ligue o aparelho. O interruptor está ao lado esquerdo mais abaixo no painel de controle. Deixe o equipamento aquecer por pelo menos 20 minutos;
3. Selecione o comprimento de onda analítico através das teclas WAVELENGTH UP e DOWN ARROWS (setas pra baixo e pra cima). O comprimento de onda é indicado no display à esquerda das setas;
4. Escolha a lâmpada correta para o comprimento de onda selecionado. Para análises UV, ligue a lâmpada de deutério localizada no painel. A lâmpada requer aquecer-se por 20 minutos para ativar a estabilidade máxima antes que as leituras sejam feitas (somente modelo UV);

Nota: Se trabalhar somente com comprimento de ondas visíveis, você deve desligar a lâmpada de deutério pressionando o botão D2 e o indicador de lâmpada D2 é desligado;

5. Selecione o modo de operação desejado como Transmitância, Absorbância ou Concentração quando usar o MODE SELECTOR;
6. Escolha as cubetas combinadas do percurso óptico apropriado para o método analítico que você está usando. Você deve usar o mesmo percurso óptico das cubetas para todos os brancos (blank), padrões e amostras;
Nota: Cubetas de vidro devem ser usadas somente acima de 325 nm. Cubetas de quartzo devem ser usadas num comprimento de onda abaixo de 325 nm.
7. Encha uma das cubetas com branco e posicione no suporte da cubeta. Nas outras posições coloque soluções da amostra para serem medidas;
Nota: A solução deve ter ao menos 20 mm de altura na cubeta.
8. Feche a tampa do compartimento da amostra, coloque o branco na posição do feixe de luz, ajuste 100% T ou 0 ABS / 100% até aparecer no display “100,0% T ou 0,000 A”;
Nota: Para indicar 0,00% T nos espectrofotômetros 2100, segure pressionada a tecla MODE por 3 segundos, o display lerá ZERO por 30 segundos enquanto a CPU é reajustada a zero. Depois de ter reajustado a corrente escura (0% T) você deve restaurar o 100% T/0A no instrumento como indicado na etapa 8 acima.
9. Você pode então posicionar o suporte de cubetas puxando o braço seletor para a próxima posição e ler % T ou os valores de ABS das amostras.

6.1.3 AGITADOR DE PENEIRAS PARA ANÁLISE GRANULOMÉTRICA (N. 1435 BERTEL)

Finalidade

Aparelho destinado a realizar ensaios de separação de materiais sucessíveis a serem classificados pelo tamanho de seus grãos.

Descrição geral

O aparelho pode ser usado tanto em 110V como em 220V. Possui um relógio marcador de tempo com desligamento automático de 0 à 30 minutos e um reostato para controle das vibrações. O agitador permite o uso de até 6 peneiras de 2” de altura mais Fundo e Tampa ou de até 12 peneiras de 1” de altura mais Fundo e Tampa.

Montagem

Deve-se ligar o aparelho na força, não necessitando o cuidado de verificar se o mesmo está regulado de acordo com a voltagem no local de uso (110V ou 220V) devido à sua bivoltagem. A seguir, parafuse as Hastes no Prato Superior do aparelho dando um leve aperto com a chave de boca.

As peneiras devem ser encaixadas uma sobre a outra. Em primeiro lugar coloca-se o Fundo no aparelho, depois a peneira de melhor malha até a de maior malha e por fim a Tampa e Travessa. O parafuso da travessa deve ser apertado até o conjunto estar bem preso.

Instruções para uso do aparelho

- Fixar as duas hastes cromadas no prato, rosqueando-as e apertando-as com a chave de boca de ½, que acompanha o aparelho;
- Ligar o aparelho à tomada sem a preocupação de verificar se a voltagem é de 110 ou 220 V, pois o circuito identifica a tensão da rede e regula-se automaticamente;
- Após a colocação do fundo com as peneiras e a tampa sobre o prato, deve-se fixar o conjunto com a travessa superior dando o devido aperto;
- Colocar o botão de Liga e Desliga na posição de Liga, após isso acenderá um LED vermelho;
- Ajustar o timer nos minutos desejados, tomando-se o cuidado de girar o botão no máximo de até 30 minutos e nunca dar uma volta completa forçando o fim de curso;
- Ajustar as vibrações de acordo com a intensidade desejada;
- Apertar o centro do botão de partida sobre a membrana plástica, sendo que o LED vermelho se apagará e acenderá um LED amarelo indicando o funcionamento;
- Para interromper o funcionamento do aparelho durante o processo de peneiramento deve-se apertar o centro do botão de parada sobre a membrana plástica.

6.1.4 LIOFILIZADOR (LC 3000 TERRONE)

Operação (Interruptores no Painel)

- GERAL: chave geral/ desliga todo o sistema;
- VÁCUO/ AR: Vácuo liga/ desliga bomba de vácuo e AR liga/ desliga a válvula solenóide e dá entrada de ar na câmara de secagem;
- FRIO: aciona a unidade frigorífica, o resfriamento do condensador;
- CALOR: habilita o aquecimento nas plataformas da estante;
- LACRAR: comprime as rolhas para vedar os frascos sob vácuo, no final da secagem.

Considerando nos controladores de temperatura já estarem programadas a rampa e o ponto de controle (temperatura desejada), coloque o produto já congelado nas estantes e ligue o vácuo.

Mantenha os interruptores CALOR desligados até que o termômetro indique temperatura abaixo de 0°C ou menor, conforme o produto.

OBS: ao colocar o produto congelado na estante, mantenha por 20/30 minutos, os interruptores AQUECER desligados para que o sistema, bandejas e plataformas da estante entrem em equilíbrio térmico.

Quando os controladores indicarem temperaturas seguras para o início do processo de secagem (recomendamos abaixo de 0°C), ligue o interruptor CALOR para que inicie o controle do aumento progressivo da temperatura a partir da indicada, desde ponto.

IMPORTANTE:

Considere que as bandejas com os produtos ao saírem do congelador estarão com temperatura inferior a -20°C negativos e as plataformas do liofilizador acima de 25°C positivos. Este é o motivo da necessidade de se aguardar baixar a temperatura indicada pelos termômetros antes de acionar o aquecimento. Para minimizar problemas com alguns produtos, é possível resfriar as plataformas deixando o frio (condensador) ligado, o aquecimento desligado e a porta fechada até baixar a temperatura indicada nos controladores. Porém essa não é uma alternativa eficaz e não deve ser utilizada com frequência. Outra alternativa é resfriar as plataformas da estante da câmara de secagem colocando bolsas de gelo ou bandejas contendo água congelada sobre as mesmas. Desse modo, por transferência de calor, as bandejas com água congelada resfriarão as plataformas antes da colocação do produto.

Acionamento

ATENÇÃO: para o fechamento à vácuo ou gás inerte, os frascos deverão ser levados para congelamento já com suas respectivas rolhas especiais e também com a placa uniformizadora sobre as mesmas.

OBS: o congelamento do produto é feito externamente ao liofilizador.

- Ligue o interruptor FRIIO, aguarde 20/30 minutos, para obter temperatura segura no condensador;
- Após 20 a 30 minutos, sem perda de tempo, no transporte das bandejas com os produtos já congelados, do congelador para a câmara de secagem do liofilizador, posicione nas plataformas da estante da câmara de secagem do liofilizador os conjuntos (bandejas + frascos com os produtos já congelados + as rolhas especiais para liofilização + as placas uniformizadoras já posicionadas);
- Sem perda de tempo coloque a campânula de acrílico, ligue o vácuo – interruptor VÁCUO/AR na posição VÁCUO.

OBS: As bandejas com os frascos, rolhas e placa uniformizadora deverão ir da fonte de superfrio diretamente para a câmara de secagem. Não esqueça de fechar a torneira do dreno de água do liofilizador, antes de reacioná-lo. Após posicionar o produto congelado, as bandejas nas estantes, feche a porta e ligue o vácuo, mas mantenha o interruptor AQUECER desligados até que o sistema entre em equilíbrio. Ao iniciar o bombeamento do vácuo, as

temperaturas indicadas nos controladores deverão começar a baixar e só quando atingirem uma temperatura segura (recomendamos abaixo de 10°C) ligue o interruptor CALOR para que o aquecimento gradativo (simulação de rampa) seja iniciado deste ponto.

- Ligue o aquecimento e mantenha o FRIO ligado para que os vapores sublimados do produto sejam aprisionados no condensador (superfrio);
- Observe o comportamento do produto. Estando normal o mesmo terá aparência inerte e opaca. O produto deverá permanecer nestas condições, sob vácuo, aquecendo mais o frio do condensador ligado por um longo período de tempo. A qualidade do vácuo manterá o produto solidificado (congelado) mesmo sob brando aquecimento;
- O tempo da secagem (sublimação) dependerá, principalmente, da espessura da camada congelada e sua finalização é determinada pela aparência do produto e pelo tempo (ensaiado) de processamento. Pode-se esperar que a secagem progrida a razão de 1 mm/hora; portanto a secagem de produtos com camada congelada de 10 mm de espessura demorará de 10 a 12 horas.

Retirada do produto do liofilizador

Caso os frascos estejam com rolhas especiais para liofilização pressione o interruptor LACRAR para fazer fechamento sob vácuo original. Observe muito bem o fechamento dos frascos e CUIDADO para não exceder o inchaço das bolsas. Estando os frascos lacrados, solte o interruptor.

Quando da utilização do fechamento sob vácuo é preciso que todas as plataformas estejam completas com frascos de idênticas alturas. Caso qualquer uma das plataformas esteja vazia ou com frascos muito menores ocorrerá dano ao sistema.

- Coloque e mantenha o interruptor VÁCUO/AR em AR. A bomba de vácuo será desligada e a válvula solenóide de entrada de ar, acionada. Aguarde a campânula soltar-se por completo e retire;
- Retire os frascos cuidadosamente puxando as bandejas;
- Coloque o interruptor VÁCUO/AR na posição central;
- Desligue o interruptor FRIO e o interruptor GERAL;
- Abra a torneira do dreno e coloque um recipiente para recolher a água que (com o tempo descongelará) sairá do condensador.

OBS: Caso não tenha sido usado o fechamento sob vácuo tape-os com rolha de boa qualidade. Não se esqueça de retirar o tampo do dreno d'água ao findar o processo e recoloca-lo antes de nova liofilização.

CUIDADO: com o destino da água retirada pelo dreno, principalmente quando no processo estiverem envolvidos vírus, fungos ou bactérias.

Bomba de Vácuo

A unidade de bombeamento trabalha submersa em óleo de alta qualidade e baixa pressão de vapor que, além da função de vedação, atua como refrigerante e lubrifica as partes móveis internas.

A frequência das trocas de óleo da bomba de vácuo dependerá, basicamente, do seu tempo de utilização, do tipo de produto que se processa, etc; e é determinado pela inspeção visual através do visor de nível da bomba (óleo contaminado muda a coloração ficando leitosa com umidade ou escura com outros detritos) ou drenando aproximadamente 20 ml de óleo, o óleo novo ou adequado é translúcido.

Para efetuar a troca de óleo:

- Feche a válvula da sucção do vácuo funcione ele por 5 minutos em seguida solte o êmbolo do dreno de óleo e ao parar de escorrer o óleo usado, ligue novamente a bomba por 5 segundos para esvaziar o óleo das câmaras;
- Após escorrer todo o óleo, reaperte o êmbolo do dreno com as mãos, sem auxílio de qualquer ferramenta;
- Retire o tampão da carga do óleo localizado sobre o corpo da bomba e com auxílio de um funil limpo e seco, recolque óleo novo (obs: cuidado para não ultrapassar a marca do visor do nível do óleo, evite excesso).
- Recolque o tampão da carga do óleo sem o auxílio de qualquer ferramenta. Não é preciso muito aperto, aperte-os com os dedos, o nível do óleo é o centro do visor, se colocar acima do nível a bomba expulsará o excesso pelo escapamento.

OBS: Devido a possibilidade de sucção reversa, embora remota, nunca deligue a bomba de vácuo deixando o sistema – o liofilizador – sob vácuo. Isso poderá provocar a sucção do óleo do depósito da bomba de vácuo enchendo a tubulação do sistema e, muitas vezes, escorrendo para a câmara de vácuo.

6.1.5 AUTOCLAVE VERTICAL (PHOENIX)

Operação

- Abrir a tampa e colocar água na caldeira até atingir o descanso do cesto. Em seguida introduzir o material a ser esterilizado, fechar a tampa apertando os manípulos por igual e em forma de cruz;
- Abrir o registro de vapor e ligar a chave comutadora na posição (MAX);
- Aguardar a total eliminação do ar interno (saída constante do vapor) através do bico e, em seguida, fechar o registro;
- Atingida a pressão de trabalho, ajustada deslocando-se o contra-peso para frente (menor pressão) ou para trás (maior pressão), mudar a chave comutadora para a posição médio (MED) para manter esta pressão;
- Terminado o tempo de esterilização, desligar a chave comutadora (DESL), abrir o registro, esperar o manômetro voltar a zero e em seguida abrir a tampa;

OBS: Ao iniciar cada ciclo, verificar o nível da água, pois a falta da mesma provocará a queima das resistências; Pressão máxima de trabalho: 1,5 KGF/CM²; Para escoamento da caldeira, abrir o registro inferior.

6.1.6 ESTUFA COM CIRCULAÇÃO DE AR MA 035 (MARCONI)

OPERAÇÃO DO EQUIPAMENTO

OBS: Antes de ligar o equipamento, verifique se está limpo. Caso não esteja, limpe-o passando um pano limpo e úmido. Caso haja sujeira incrustada, utilize esponja com detergente neutro para remover e pano úmido.

- Observe a voltagem da estufa (220 V) e conecte-a na tomada com a mesma tensão;
- Acione a chave GERAL, no painel verifique a temperatura programada no visor do controlador;
- Em seguida, pressione as teclas ▲ e ▼ para aumentar ou diminuir o valor da temperatura a ser programada;
- O visor mostrará o valor da temperatura presente no equipamento;
- Então, aguarde a regulagem da temperatura (± 50 min.), observando o Visor até alcançar a temperatura programada;
- Coloque os materiais ou amostras sobre as prateleiras internas da estufa. Aguarde a secagem pelo período recomendado;

OBS.: Sempre coloque os materiais enfileirados e espaçados ± 1 cm para facilitar a circulação do ar. O excesso de amostras na estufa prejudica o seu funcionamento e pode danificá-la.

- Ao término da utilização da estufa, desligue-a na Chave Geral (3) e desconecte da tomada;
- Faça a limpeza do equipamento com pano limpo e úmido. Caso haja sujeira incrustada, utilize esponja com detergente neutro para removê-la, e pano úmido.

6.1.7 CENTRÍFUGA GERBER (MARCONI)

Para segurança do operador

- Verificar se o fio terra está conectado;
- Não colocar a centrífuga em funcionamento com a cúpula aberta;
- Colocar os butirômetros de modo a evitar o desbalanceamento da centrífuga;
- Usar óculos de proteção ao manusear com os butirômetros.

Operação

- Ajuste a temporização conforme a necessidade (a escala do painel é uma referência, devendo o usuário determinar o tempo necessário de 1-5 minutos);
- Acione a chave para cima (Liga), para ligar;
- Ao final do tempo irá soar p alarme sonoro, indicando o final da operação;
- Pressione a chave para baixo (Freio), para a parada do motor. Obs: A chave deverá ser pressionada somente até a parada do motor, caso contrário o motor irá girar no sentido contrário.

6.1.8 MICROSCÓPIO OLYMPUS

Seqüência de ajuste inicial do microscópio

- Ajuste a voltagem com o seletor de voltagem do microscópio de acordo com a voltagem da rede elétrica local;
- Ligue a fonte luminosa;
- Coloque a lâmina na platina, destrave a trave mecânica de pré-focalização;
- Focalize a lâmina com a objetiva 10 x, ajuste a distância interpupilar à correção dióptrica;
- Coloque a objetiva adequada para observação, ajuste a intensidade da luz com o reostato deslizante;
- Focalize com o botão macrométrico e micrométrico, trave a pré-focalização;

- Ajuste o contraste de imagem com o diafragma de abertura, estando o condensador na posição máxima superior.

OBS: Para observação com a objetiva 100 x, é necessário uma gota de óleo de imersão sintético para microscopia.

Importante

Depois do uso, limpe o óleo sintético com um pano macio e um pouco de xilol ou éter sulfúrico na superfície óptica. Nunca deixe o óleo nas superfícies ópticas depois do trabalho.

As lentes devem estar sempre limpas, poeira fina nas superfícies pode ser removida com um pano ou pincel limpos e impressões digitais limpam-se com um pano macio e um pouco de xilol, benzina ou éter sulfúrico. Não use soluções orgânicas para limpar as superfícies dos componentes, especialmente nas partes plásticas, deve ser usado detergente neutro.

6.2 SELOVAC (200S)

Instruções Para Operação (Painel Analógico)

- Regule o Potenciômetro de Vácuo conforme a Tabela de Equivalências. Considere a equivalência de seis segundos por número de 0 a 10. Exemplo: Posição 5 = 30 segundos;
- Regule o Potenciômetro de Gás conforme necessário para oferecer proteção física e/ou conservação ao produto. Para maiores detalhes consulte o fornecedor do gás;
- Regule o Potenciômetro de solda conforme a espessura da embalagem. A região selada não deve apresentar corte devido ao excesso de calor, tampouco deve permitir abertura ao puxar-se as extremidades. Certifique-se que a tensão seja 220 V monofásico.

Como operar

- Coloque ou retire as placas de suplemento;
- Ligue a chave geral e ajuste os potenciômetros, no caso de painel analógico;
- Posicione o produto na câmara;
- Posicione a boca do saco plástico sobre a barra de solda;
- Feche a tampa, será iniciado o ciclo, aguarde;

- Retire o produto da câmara, produtos devem ser inseridos em sacos plásticos especiais para embalagem a vácuo;

OBS.: A boca dos sacos plásticos devem ultrapassar a barra de solda em aproximadamente 3 cm. Após a conclusão destas operações, a câmara é pressurizada e a tampa é aberta. Todo este processo é automático. São necessárias para regulagem de altura do produto em relação à barra de selagem. O ideal é alinhar a barra de selagem à metade da altura do produto.

6.2.1 BALANÇA

- Verificar a voltagem antes de conectar o aparelho na tomada;
- Ligar a balança analítica, aguardando um momento para ela se estabilizar;
- Calibrar o aparelho pressionando a tecla que indique a palavra Cal e aguardar o ajuste interno, com as laterais e o teto da balança fechados e sem encostar nabalçada ou fazer qualquer movimento nela;
- Antes da pesagem do segundo material em diante é necessário tarar a balança, pressionando a tecla TARE;
- Após o uso desligar a balança e posteriormente o estabilizador.

6.2.2 AGITADOR MAGNÉTICO COM AQUECIMENTO

- Verificar se a tensão da tomada é compatível com a tensão do aparelho;
- Ligar o plug na tomada de força;
- Colocar sobre a plataforma o recipiente contendo a amostra e a barra magnética, caso utilize a agitação, com o aparelho desligado;
- Gire o botão referente à ação desejada (aquecimento e/ou agitação):
 - para agitação magnética gire o botão “Potenciômetro de ajuste de velocidade” devagar até chegar à velocidade de trabalho desejada evitando a quebra do recipiente ou derramamento da amostra.
 - para aquecimento gire o botão “potenciômetro de ajuste de aquecimento” na temperatura desejada sem exceder a temperatura máxima do equipamento (220°C).
 - para ambas as funções seguir as instruções anteriores ligando primeiro o botão de velocidade.
- Tomar cuidado com o tipo de recipiente para não riscar a superfície da plataforma.

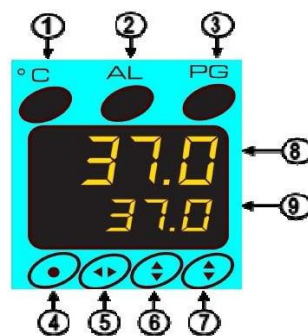
6.2.3 BANHO MARIA

- Ligue o aparelho na chave (Liga/Desliga), localizada na parte detrás do aparelho;

- Programe no controlador a temperatura desejada, conforme o item 6.3;
- A lâmpada piloto do controlador (°C) ficará acesa, indicando o aquecimento;
- Aguarde estabilizar a temperatura programada;
- Coloque os recipientes/frascos sobre a grade metálica ou no caso de tubos, na estante de agitação;
- Verifique a existência de ruídos ou vibrações diariamente;

Limpeza e conservação:

- Para limpeza do corpo utilize um pano, com massa de polir, caso esteja muito impregnado;
- Para limpeza interna álcool 70%;
- Caso haja alguma oxidação no tanque, utilize polidor de metais;
- Caso haja depósitos/sujeiras no tanque ou na resistência, limpe somente com esponja de aço e água;
- Caso haja precipitado de carbonato de cálcio, utilize vinagre ou ácido acético 10% para a remoção;
- Não instale o Banho-Maria dentro de capela, pois haverá corrosão nos componentes do banho;



1. Indicação de aquecimento;
2. Alarme de temperatura alta ou baixa (não habilitado);
3. Indicador de acionamento do auto-tune;
4. Tecla para avançar os parâmetros do controlador (•);
5. Tecla para retroceder parâmetros e avançar ciclos (◀▶);
6. Tecla para decremento de valores (◆);
7. Tecla para incremento de valores (◆);
8. Indicador Superior: Exibição do valor de temperatura real; Exibição do nome de cada parâmetro do controlador;
9. Indicador Inferior: Exibição de temperatura programada; Exibição do conteúdo/valores de cada parâmetro.

Para seleccionar a temperatura, siga os passos seguintes:

- Pressione a tecla (•), entrará **SP** (programar temperatura);
- Pressione a tecla decremento (◊) ou incremento (◊), insira o valor desejado;
- Pressione a tecla (•), entrará **Time** (programar tempo) – não aplicável para este modelo;
- Pressione a tecla (•), entrará **rATE** (rampa rápida) – não aplicável para este modelo;
- Pressione a tecla (•), entrará **Run** (aquecimento);
- Pressione a tecla decremento (◊) ou incremento (◊), insira a opção desejada (**Yes / No**). Lembre-se que é através deste parâmetro que o aparelho iniciará o aquecimento, e pode-se perceber que está acionado se o led vermelho do controlador que indica aquecimento (1) estiver aceso;
- Caso queira voltar aos parâmetros anteriores, pressione a tecla (◀▶);
- Quando o led vermelho (1) do controlador se apagar indica que a temperatura foi atingida, e após isto, iniciam-se os ciclos de liga e desliga, apagando e acendendo este led (1) para a manutenção da temperatura.

Para realizar o Auto-Tune:

O parâmetro auto-tune serve para fazer a sintonia dos parâmetros de controle, e pode ser feito todas as vezes que se achar necessário, caso o aparelho não tenha um bom desempenho de controle.

Depois de programada a temperatura, quando a mesma não estabilizar, é necessário que seja feita a correção dos valores, também através do auto-tune.

Para acionar e ativar o auto-tune, siga os passos a seguir:

- Primeiramente ajuste a temperatura para o valor em que irá trabalhar, e aguarde até que o led (°C) comece a piscar;
- Mantenha o aparelho vazio;
- Pressione a tecla (◀▶), segure-a e pressione a tecla (•) uma vez;
- Aparecendo o parâmetro **Atun**, você pode soltar as duas teclas;
- Para acessá-lo, pressione a tecla decremento (◊) ou incremento (◊), e entrarão as seguintes opções:
 - **Off** (Desligado)
 - **Fast** (Sintonia Automática Rápida)
 - **Full** (Sintonia Automática Precisa)
 - **Self** (Sintonia Precisa + Auto-adaptativa)
 - **rSif** (força uma nova sintonia automática precisa + autoadaptativa)

- **t9ht** (força uma nova sintonia automática precisa + auto-adaptativa quando Run=Yes ou controlador é ligado).

- Pressione a tecla decremento (◀) ou incremento (▶) e escolha a opção **Fast** (para sintonia rápida);
- Para acionar o auto-tune, basta pressionar a tecla (•) ou (◀▶), que ficará habilitado;
- Enquanto o auto-tune é realizado o aparelho não pode ser aberto e a programação de temperatura não deve ser mudada;
- Quando o auto-tune estiver acionado, o led (3) do controlador ficará aceso. Quando se apagar, já pode-se utilizar o aparelho normalmente, pois o ciclo do auto-tune já se completou;
- Caso queira interromper o processo do auto-tune, basta entrar no parâmetro **Atun** novamente e escolher a opção **Off** (proceda conforme a explicação dos tópicos anteriores deste item 6.4);
- Caso pressione a tecla (•) novamente, aparecerão os seguintes parâmetros:
- **Pb; Ir; dT; Ct; Act; Sfst; SP.A1.**
- Não é necessário mudar estes valores, pois já saem de fábrica configurados;
- Para sair do parâmetro e voltar à tela inicial, pressione a tecla (◀▶) por três segundos.

6.2.4 BLOCO DE DIGESTÃO

- Colocar os tubos com material para digestão nos orifícios;
- Ligar o termostato regulando a temperatura lentamente até a desejada;
- Ao final da operação retirar o material com luva de proteção e colocar em estante para resfriar.

6.2.5 DIGESTOR DE FIBRAS

- Ligar na rede elétrica;
- Conectar as mangueiras de água do resfriamento;
- Levantar os condensadores corrediços, apóia-los no descanso superior do conjunto e ligar o banho refrigerante;
- Carregar o béquer forma alta com produto e a solução de hidrólise, colocá-lo no local apropriado, acoplar os condensadores e ligar o interruptor de aquecimento.
- Ao final da operação retirar o material com luva de proteção.

6.2.6 DESTILADOR DE PROTEÍNAS

- Verificar o nível de água. (ligar botão ate que apague a luz de nível)
- Conectar as mangueiras de água do resfriamento.
- Ligar na rede elétrica.
- Selecionar aquecimento 1 .
- Verificar o nível de NaOH.
- Proceder como pede o protocolo de análise.
- Ao final da operação retirar o material com luva de proteção.

6.2.7 CONJUNTO EXTRATOR

- Conectar as mangueiras de água do resfriamento no condensador;
- Ligar na rede elétrica;
- Montar o sistema de extração;
- Selecionar aquecimento;
- Proceder à extração conforme o protocolo de análise;
- Ao final da operação retirar o material com luva de proteção;
- Desligar o sistema.

6.2.8 ESTUFA DE SECAGEM

- Ligar na rede elétrica;
- Selecionar aquecimento;
- Colocar o material para secagem;
- Ao final da operação retirar o material com luva de proteção;
- Desligar o sistema.

6.2.9 ESTUFA DE SECAGEM (QUIMIS)

- Ligar na rede elétrica;
- Selecionar aquecimento no botão analógico (obs.: colocar um termômetro no orifício superior da estufa);
- Colocar o material para secagem;
- Ao final da operação retirar o material com luva de proteção;
- Desligar o sistema.

6.3 FORNO MUFLA

- Ligar na rede elétrica;
- Selecionar aquecimento controle analógico (girar);
- Colocar o material para secagem;
- Ao final da operação retirar o material com luva de proteção. Direto para o dessecador;
- Desligar o sistema.

6.3.1 EVAPORADOR ROTATIVO

- Verificar o nível de água
- Conectar as mangueiras de água do resfriamento no condensador.
- Conectar a bomba de vácuo ao sistema.
- Ligar na rede elétrica
- Colocar o balão para receber o evaporado (encaixe do condensador).
- Colocar o material a se evaporado.
- Selecionar aquecimento controle digital Δ/∇ (pressionar)
- Ligar rotação.
- Seguir protocolo para a amostra.
- Ao final da operação desligar o sistema

6.3.2 HPLC - HIGH PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPHY \ CROMATOGRAFIA LÍQUIDA DE ALTA PERFORMANCE

Para iniciar as atividades devem ser seguidos os seguintes procedimentos:

- Verificar se os reservatórios de fase móvel estão cheios;
- Ligar os estabilizadores da direita para a esquerda, o do computador é o ultimo a ser ligado;
- Ligar os equipamentos da direita para a esquerda;
- Lavar as bombas;
- Abrir a válvula preta, 2 voltas;
- Apertar a tecla “PURGE”, 1 minuto para cada bomba (A, B, C) somente deve ser feito com as bombas que estão em uso;
- Ao termino aperte a tecla “STOP” e feche a válvula preta completamente;
- No caso de utilização do sistema de injeção automática clicar em “SERIAL” no amostrador automático;
- Para configurar o equipamento, seguir os seguintes passos:

- Clicar em System Control/Automation;
 - Clicar em Instrument Parameters e dar nome ao equipamento e ao operador;
 - Clicar em Instrument e seleccionar o equipamento (1,2 ,3 ou 4);
 - A tela System Control - com o nome do equipamento irá aparecer, por exemplo, System Control - GC 3400.
- O instrumento já está configurado e o próximo passo será criar um método e depois ativá-lo para que a análise possa ser executada.

Para criar um método, seguir os seguintes passos:

- Clicar em View / Edit Methods;
- A tela Create / Open Method File será aberta;
- Seleccionar Create a New Method File para criar um novo método e clicar em Ok;
- O assistente de criação de métodos será aberto, clicar em avançar;
- Na tela que será aberta selecione o instrumento que deseja configurar (1, 2, 3 ou 4), ou Custom para configuração manual dos equipamentos e endereços dos mesmos), clicar em avançar;
- A tela que será aberta vai ser utilizada para adicionar as seções para coleta / processamento de dados e para confecção do relatório, selecione os módulos de detetores apropriados (por exemplo, ADC Board 18, GC 3800 modulo 44, etc.). Se quiser adicionar, selecione o detetor apropriado e clique em avançar;
- Na tela que será aberta, seleccionar quais os canais que serão utilizados (Canal A, Canal B ou Ambos) e quais as seções a serem criadas (Data Handling - Aquisição de dados, Standard Report - Relatório ou Ambas as seções). Clicar em avançar;
- Na tela que será aberta, confirmar as seções a serem criadas e clicar em concluir. Se desejar alterar algo, é só clicar em voltar, fazer a alteração, clicar em avançar e finalmente clicar em concluir;
- O assistente de criação do método é finalizado e abaixo podemos visualizar a tela com a estrutura básica do método que acabou de ser construído;
- Podemos verificar que o método possui 3 seções, sendo elas Instrument Control, Data Handling e Standard Report;
- Clicar em cada um dos sub itens de cada uma das 3 seções do método e programá-los de acordo com o tipo de equipamento e metodologia analítica a ser utilizada;

- Feita a programação das 3 seções do Método e das respectivos parâmetros de cada seção, clicar em File – “SAVE”. Dar um nome ao método, selecionar o diretório aonde irá salvá-lo e clicar Ok;
- Pronto, o método já está salvo. Para sair, clicar em File - Exit.

Para ativar o método, seguir os seguintes passos:

- A partir da janela System Control, clicar em File - Activate Method e na tela que será aberta, selecionar o método desejado e clicar Abrir;
- O método será então ativado e na barra de status do System Control aparecerá o nome do método que está ativo;
- Injeção de uma única amostra (Inject Single Sample). Para fazer a injeção de uma única amostra, seguir os seguintes passos;
- Clicar em “Pump” no computador e esperar que o valor da Pressão Atmosférica se estabilize;
- A partir da janela System Control, clicar em Inject - Inject Single Sample;
- Dar um nome à amostra no campo Sample Name;
- Selecionar o tipo de amostra no campo Sample Type;
- Entrar com a quantidade de injeções no campo Inj, (se quiser colocar alguma observação clicar no campo Injection Notes e na janela que abrirá digitar a observação e clicar em OK para fechar a janela), e por fim, selecionar o Canal a ser utilizado;

Para lecionar o canal a ser utilizado, clicar em MultiChannel/MultiStandard;

- Selecionar o canal no campo Detector Channel e depois clicar Ok;
- Para construir uma listagem de amostras (Sample List) a fim de injetar várias amostras, seguir os seguintes passos:
- A partir da janela, System Control, clicar em File - New Sample List;
- Nomear a Sample List e depois clicar em Salvar;
- Dar um nome à amostra no campo Sample Name;
- Selecionar o tipo de amostra no campo Sample Type;
- Entrar com a quantidade de injeções no campo Inj, (se quiser colocar alguma observação clicar no campo Injection Notes e na janela que abrirá digitar a observação e clicar em OK para fechar a janela), e por fim, selecionar o Canal a ser utilizado;

- Numerar os vial no campo Vial ao lado de Inj;
- Para selecionar o canal a ser utilizado, clicar em MultiChannel/MultiStandard;
- Selecionar o canal no campo Detector Channel e depois clicar Ok;
- Fechar a Sample List;
- A partir da janela, System Control, clicar em File - Open Sample List, selecionar a Sample List salva anteriormente e clicar Abrir;

Para ativar uma Sample List, seguir os seguintes passos:

- A Sample List selecionada aparecerá; (Observação: Se estiver utilizando padrão interno, teremos que entrar com a quantidade do padrão interno no campo Amount Standard. Feito isso, minimize a Sample List);
- Clicar em Automation - Begin Sample List para rodar a Sample List;
- Confirmar o nome do equipamento e do operador, clicando em Ok;
- Confirmar o nome do Método a ser utilizado e clicar Ok.
- Para entrar no View/Edit Chromatograms a fim de manipular os cromatogramas gerados anteriormente, alterar modo de integração, relação sinal/ruído, para comparar cromatogramas, etc., seguir os seguintes passos:
- A partir da Star Toolbar (página de apresentação da Workstation), selecionar Run Application - View/Edit Chromatograms;
- A janela Open Multiple Data Files aparece, selecionar os cromatogramas a serem abertos, clicando no nome de cada um deles e apertando Add to List ou dando um duplo clique no nome do arquivo. Feito isso, aperte Open File(s);
- Cada um dos cromatogramas selecionados será mostrado na tela Graphics (até 7 cromatogramas no máximo);
- Abrir o método utilizado para gerar estes cromatogramas, sendo que para isso devemos clicar em File - Open Method;
- Selecionar o nome do método a ser aberto / ativado e clicar em Ok;
- Clicando em Edit Method, temos acesso as 5 janelas da seção Data Handling do Método (já descrito anteriormente), sendo que podemos alterar qualquer parâmetro e depois reintegrar 1 ou mais cromatogramas;
- Depois de alterarmos alguns parâmetros do método, devemos clicar em Results - Reintegration List. - Calculate Results (A tela abaixo será aberta) ou em Results - Reintegrate Now (Quando quiser reprocessar apenas um cromatograma) para que o cromatograma seja reprocessado e para que as alterações feitas tenham efeito;

- Podemos ainda interativamente adicionar eventos de tempo como inibir integração, rejeitar o solvente, agrupar picos, etc. Para isso, devemos clicar em Edit Method - Add Method item e depois selecionar o evento a ser adicionado a partir de uma listagem que aparece ao lado com o nome do evento e a respectiva função (conforme tela abaixo);
- Ao adicionarmos um evento, abaixo do cromatograma aparecerá uma barra colorida e através do mouse podemos arrastá-la a fim de determinar o intervalo de tempo aonde aquele evento irá atuar. Podemos ainda dar um clique com o botão direito do mouse para editar (Edit) manualmente o intervalo de tempo ou apagar (delete) aquele evento (vide tela abaixo);
- Depois de alterarmos alguns parâmetros do método, devemos clicar em Results - Reintegration List... - Calculate Results ou em Results - Reintegrate Now (Quando quiser reprocessar apenas um cromatograma) para que o cromatograma seja reprocessado e para que as alterações feitas tenham efeito (conforme já descrito anteriormente);
- Podemos também verificar detalhes de um cromatograma através da função Zoom;
- Para selecionar o Zoom, devemos manter pressionado o botão esquerdo do mouse e então selecionar a parte do cromatograma aonde será dado o Zoom;
- A seguir podemos visualizar um cromatograma sem o zoom e depois o mesmo cromatograma com o zoom, sendo que a área branca selecionada do primeiro cromatograma é aonde foi dado o zoom;
- Para sair do Zoom, dar um duplo clique no mouse;
- Clicando em View - Preferences, podemos mudar a forma como serão visualizados os vários cromatogramas abertos na tela Graphics.

Para calibrar um método para dar o resultado das análises em padrão externo, seguir os seguintes passos:

- Injetar o padrão ou os padrões a serem utilizados para gerar a curva de calibração para o padrão externo;
- A partir da Star Toolbar (página de apresentação da Workstation), selecionar Run Application - View/Edit Chromatograms;
- Selecionar os cromatogramas a serem abertos, clicando no nome de cada um deles e apertando Add to List ou dando um duplo clique no nome do arquivo. Feito isso, aperte Open File(s);

- Cada um dos cromatogramas selecionados será mostrado na tela Graphics (até 7 cromatogramas no máximo);
- Abrir o método utilizado para gerar estes cromatogramas, sendo que para isso devemos clicar em File - Open Method;
- Selecionar o nome do método a ser aberto / ativado e clicar em Ok;
- Clicar em Edit Method - Calibration Setup;
- Selecionar na janela que se abre em Calibration Type - External Standard, em Number of Calibration Levels - o número correspondente aos padrões injetados (Level 1 quando utilizamos apenas um padrão e 2 ou mais quando utilizamos vários padrões com concentrações diferentes), em Curves Defaults o tipo da curva de calibração e depois salve através do botão Save;
- Dar um Zoom na base dos picos, próximo à linha de base;
- Clicar em Method - Fill Peak Table;
- Com o mouse, clicar em cada um dos picos de interesse do cromatograma e automaticamente a tabela de picos será preenchida com o tempo de retenção de cada um dos picos;
- Salvar a tabela através do botão Save;
- Clicar em Edit Method - Peak Table;
- Preencher a tabela com o nome de cada um dos picos, selecionar o(s) pico(s) de referência (Campo REF) e entrar com as concentrações de cada um dos compostos do cromatograma, de acordo com os níveis de concentração (level 1 quando utilizamos apenas um padrão e 2 ou mais quando utilizamos vários padrões com concentrações diferentes);
- Salvar a tabela através do botão Save;
- Clicar em Results - Reintegration List;
- Em Sample Type selecionar Calibration, em Cal. Level selecione o nível de calibração de acordo com a concentração da amostra (1 para a de menor concentração e as demais para as de maior concentração, na ordem crescente), em Calibrations Coefficients selecione Clear Coefficients at Start of List (para fazer uma nova calibração) ou Incorporate New Calibrations into Data Set (para incorporar dados a uma curva de calibração já existente) e finalmente clique em Calculate Results;
- Feito isso, a curva de calibração é gerada e o método está calibrado agora para dar os resultados em Padrão Externo;

- Para visualizarmos a(s) curva(s) de calibração, devemos clicar em Results - View Calibrations Curves;
- Clicando em Peak Name podemos visualizar a curva de calibração para cada um dos componentes da amostra. Podemos imprimir a curva de apenas um composto ou de todos os compostos juntos, através do cursor X,Y podemos verificar a relação entre o tamanho do pico e a concentração, etc.
- Clicar em Cancel se desejar sair da curva de calibração;
- Para calibrar um método para dar o resultado das análises em padrão interno, seguir os seguintes passos:
- Injetar o padrão ou os padrões a serem utilizados para gerar a curva de calibração para o padrão interno;
- A partir da Star Toolbar (página de apresentação da Workstation), selecionar Run Application - View/Edit Chromatograms;
- A janela Open Multiple Data Files aparece;
- Selecionar os cromatogramas a serem abertos, clicando no nome de cada um deles e apertando Add to List ou dando um duplo clique no nome do arquivo. Feito isso, aperte Open File(s);
- Cada um dos cromatogramas selecionados serão mostrados na tela Graphics (até 7 cromatogramas no máximo);
- Abrir o método utilizado para gerar estes cromatogramas, sendo que para isso devemos clicar em File - Open Method;
- Selecionar o nome do método a ser aberto / ativado e clicar em Ok;
- Clicar em Edit Method - Calibration Setup;
- Selecionar na janela que se abre em Calibration Type - Internal Standard, em Number of Calibration Levels - o número correspondente aos padrões injetados (Level 1 quando utilizamos apenas um padrão e 2 ou mais quando utilizamos vários padrões com concentrações diferentes), em Curves Defaults o tipo da curva de calibração e depois salve através do botão Save;
- Dar um Zoom na base dos picos, próximo à linha de base;
- Clicar em Method - Fill Peak Table
- Com o mouse, clicar em cada um dos picos de interesse do cromatograma e automaticamente a tabela de picos será preenchida com o tempo de retenção de cada um dos picos;
- Salvar a tabela através do botão Save;

- Clicar em Edit Method - Peak Table;
- Preencher a tabela com o nome de cada um dos picos, selecionar o(s) pico(s) de referência (Campo REF), selecionar o(s) pico(s) do Padrão Interno (Campo STD);
- Selecionar qual o padrão interno a ser usado (Campo Standard Peak Name) e entrar com as concentrações de cada um dos compostos do cromatograma, de acordo com os níveis de concentração (level 1 quando utilizamos apenas um padrão e 2 ou mais quando utilizamos vários padrões com concentrações diferentes);
- Salvar a tabela através do botão Save;
- Clicar em Results - Reintegration List;
- Em Sample Type selecionar Calibration, em Cal. Level selecione o nível de calibração de acordo com a concentração da amostra (1 para a de menor concentração e as demais para as de maior concentração, na ordem crescente);
- Clique em Amount(s) dentro do campo Internal Standard;
- Clique em Update List - Save Changes para informar a concentração do padrão interno;
- Clique em Calibrations Coefficients selecione Clear Coefficients at Start of List (para fazer uma nova calibração) ou Incorporate New Calibrations into Data Set (para incorporar dados a uma curva de calibração já existente) e finalmente clique em Calculate Results. (Feito isso, a curva de calibração é gerada e o método está calibrado agora para dar os resultados em Padrão Interno);
- Para visualizarmos a(s) curva(s) de calibração, devemos clicar em Results - View Calibrations Curves (A tela abaixo será aberta);
- Clicando em Peak Name podemos visualizar a curva de calibração para cada um dos componentes da amostra. (Podemos imprimir a curva de apenas um composto ou de todos os compostos juntos, através do cursor X,Y podemos verificar a relação entre o tamanho do pico e a concentração, etc);
- Clicar em Cancel se desejar sair da curva de calibração;
- Para entrar no Standard Reports a fim de visualizar como o cromatograma e o relatório serão impressos, para alterar parâmetros da seção Report do Método da Workstation, seguir os seguintes passos:
- A partir da Start Toolbar (página de apresentação da Workstation), selecionar Run Application. - Standard Reports;
- A janela Open Data Files aparece;
- Selecionar o cromatograma a ser aberto, clicando no nome dele e apertando Abrir;

- Feito isso, aparecerão 2 janelas, sendo uma referente ao cromatograma e a outra referente ao relatório;
- Maximize a janela do Cromatograma;
- Para fazer alterações com relação ao cromatograma, clique em Options;
- Neste menu, podemos mudar o título do relatório do cromatograma, opções do cromatograma e opções do resultado do relatório do cromatograma;
- Para fazer alterações no cromatograma devemos selecionar Chromatogram, a janela Chromatogram Format se abrirá;
- Em Start Time e End Time podemos selecionar o intervalo de tempo de impressão do cromatograma(Por exemplo, imprimir um cromatograma do tempo 2,0 min até 7,0 min, ou do tempo 0,0 min até o fim do cromatograma, etc);
- Podemos selecionar Auto Scale para automaticamente enquadrar o maior pico do cromatograma na escala do papel,(sendo que neste caso a Workstation estabelece automaticamente o valor para a Atenuação (Initial Attenuation) e para o Offset (Zero Offset); Obs: Se não selecionarmos Auto Scale, podemos manualmente estabelecer um valor para Atenuação e Offset;
- Para selecionar em quantas páginas o cromatograma será impresso utilizar a função Length in Pages permite, sendo que a Workstation estabelecerá um valor automático para a velocidade do papel; ou então podemos estabelecer um valor fixo para a velocidade do papel através de Initial Chart Speed, desabilitando assim a função Length in Pages;
- Em Chromatogram Annotations podemos selecionar o que será visualizado no cromatograma, como Tempo de Retenção, Eventos de Tempo, Eventos do Cromatograma, Nome dos Picos e Linha de Base;
- Feitas as alterações, clicar em Ok;
- Maximizar agora a janela do Report, para fazer alterações com relação ao Relatório e clique em Options;
- Selecione Report Title se quiser alterar o título do relatório do cromatograma / análise e na janela que será aberta digite o novo título e clique em OK;
- Ao clicar em Options - Results, a janela Results Format se abrirá;
- Em Amount Units podemos dar nome a unidade de medida dos picos, como PPM, PPB, ng/ul, etc.;
- Em Number of Decimal Digits, podemos estabelecer o número de casas decimais;

- Em Run Documentation, podemos selecionar o que será impresso no relatório, como Histórico da Corrida, Histórico de Erros, Relatório de Calibração, Histórico de Alterações e Notas sobre a amostra;
- Feitas as alterações, clicar em Ok. Para Imprimir o cromatograma e o resultado, clicar em File - Print e selecionar o que deseja imprimir (Cromatograma, Relatório ou ambos) e o número de cópias, clicando Ok. A impressão é então inicializada;
- Para converter os resultados em ASCII e jogar os dados do relatório no Word ou em uma planilha Excel, clicar em File - Convert (ASCII), e o resultado será convertido;
- Se desejar mudar o tamanho da Fonte (Letra) do relatório, clicar em Font e selecionar o tamanho desejado;
- Feitas as alterações, clicar em Ok.

Para desligar o equipamento seguir os seguintes passos:

- Desligar o computador;
- Desligar os equipamentos da direita para a esquerda;
- Desligar os estabilizadores, o do computador deve ser o último.

7. TÉCNICAS REALIZADAS NO LABORATÓRIO

Métodos de Análises de Alimentos

- Umidade - Dessecação
- Cinzas - Resíduo incineração
- Proteínas - Método de Kjeldahl
- Lipídeos - Extração direta Soxhlet
- Fibra Bruta
- Fibra alimentar – Método enzimático–gravimétrico
- Fibra alimentar solúvel e insolúvel – Método enzimático–gravimétrico
- Conservadores nitrato e nitrito de sódio
- Corantes artificiais - Cromatografia em papel
- Determinação de açúcares redutores
- Determinação de pH
- Bebidas fermento-destiladas
- Densidade relativa com picnômetro
- Densidade relativa com densímetro de leitura direta
- Acidez total

- Acidez fixa

7.1.1 DETERMINAÇÃO DO TEOR DE UMIDADE EM ALIMENTOS

7.1.1.1 MÉTODO GRAVIMÉTRICO

MATERIAL

Cápsula de alumínio com tampas

Dessecador

Estufa – 103 °C a 105 °C

Balança analítica

Tenaz metálica

Espátula de pesagem

PROCEDIMENTO

- Retirar da estufa com o auxílio da tenaz metálica, as cápsulas de alumínio que permaneceram na estufa por 2 h a 103 °C-105 °C;
- Esfriar em dessecador por 15 min;
- Pesar as cápsulas em balança analítica (4 casas) e anotar o peso;
- Pesar cerca de 5 g de amostra em cada cápsula e anotar o peso da amostra úmida + peso da cápsula;
- Levar as cápsulas na estufa a 103 °C-105°C por 2 h;
- Tirar as cápsulas da estufa e esfriá-las em dessecador por 15 min;
- Pesar e anotar os dados;
- Repetir as três operações anteriores até obter peso constante da amostra. A diferença entre duas pesagens pode ser de 0,0005 g.

Obs.: Não tocar as cápsulas com as mãos, pois as partículas de gordura poderão ficar impregnadas, dando erro de resultado. Utilizar sempre a tenaz metálica.

CÁLCULOS

% Umidade= $[(P_i - P_f) \times 100] / P_a$

P_i = peso da cápsula + peso da amostra úmida (peso inicial em gramas)

P_f = peso da cápsula + peso da amostra seca (peso final em gramas)

P_a = peso da amostra úmida em gramas

Expressão dos resultados: gramas de umidade/100 gramas de amostra ou % de umidade.

Podemos obter a porcentagem de sólidos totais (ST): $\% ST = 100 - \% \text{ Umidade}$

7.1.2 DETERMINAÇÃO DO TEOR DE CINZAS - MÉTODO DE INCINERAÇÃO

MATERIAL

Cadinho de porcelana

Tenaz metálica

Balança analítica

Dessecador

Forno mufla

PROCEDIMENTO

- Retirar da estufa, com o auxílio da tenaz metálica, os cadinhos que permaneceram na estufa por 2h a 103 °C-105°C;
- Esfriar em dessecador por 15 min;
- Pesar os cadinhos em balança analítica (4 casas) e anotar o peso;
- Pesar cerca de 5 g de amostra em cada cadinho e anotar o peso da amostra úmida + peso cadinho (por diferença calcula-se o peso da amostra);
- Levar os cadinhos à mufla a 550 °C até obter cinzas brancas;
- Tirar os cadinhos da mufla e esfriá-los em dessecador por 20 min;
- Pesar e anotar os dados.

Obs.: Usar sempre a tenaz metálica para manipular os cadinhos. Usar luvas de proteção para colocar e retirar os cadinhos da mufla. Ao retirar os cadinhos da mufla colocá-los direto no dessecador e nunca em cima da bancada.

CÁLCULOS

$$\% \text{ Cinzas Totais} = [(Pf - Pc) \times 100] / Pa$$

Pc = peso do cadinho (em gramas)

Pf = peso do cadinho + peso da amostra final (em gramas)

Pa = peso da amostra inicial (em gramas)

Expressão dos resultados: gramas de cinzas/100 gramas de amostra ou % de cinzas

7.1.3 DETERMINAÇÃO DE NITROGÊNIO TOTAL - MÉTODO DE KJELDAHL (PROTEÍNAS)

MATERIAL

Tubos de digestão Kjeldahl
Conjunto de digestão
Destilador de nitrogênio
Erlenmeyer
Balança analítica
Bureta
Pipeta Pasteur
Banho termostático com refrigeração e circulação

REAGENTES

Ácido sulfúrico (H_2SO_4 96-98%)
Hidróxido de sódio (NaOH 1:2)
Solução de ácido bórico (H_3BO_3) a 2% (p/v) mais indicadores (vermelho de metila e verde de bromocresol a 0,1%)
Ácido clorídrico 0,02N
Catalisador de Kjeldahl: sulfato de potássio e sulfato cúprico (10:1)

PREPARO DAS SOLUÇÕES DA AULA

- Hidróxido de sódio (NaOH 1:2): Adicionar lentamente 50g de NaOH para cada 100 ml de água destilada, manter sob agitação.
- Solução de ácido bórico (H_3BO_3) a 2% (p/v): Dissolver 2g em 100 ml de água destilada.
- Vermelho de metila 0,1%: Dissolver 0,1g em 100 ml de álcool etílico.
- Verde de bromocresol a 0,1%: Dissolver 0,1g em 100 ml de álcool etílico.
- Ácido Clorídrico 0,002N: Adicionar lentamente 1,656mL de HCl (ácido clorídrico) em 500mL de água destilada, em balão volumétrico de 1000mL, em seguida completar o volume de água até 1000mL.
- Catalisador de Kjeldahl: Misturar 10g de sulfato de potássio ou sulfato de sódio com 1g de sulfato de cobre.

PROCEDIMENTO

DIGESTÃO

- Pesar 0,1 a 0,2 g (100 a 200 mg) de amostra e colocar no tubo de digestão;
- Adicionar ao tubo de digestão 1 a 2 g de catalisador;
- Adicionar ao tubo de digestão 4 a 5 ml de H₂SO₄;
- Levar o tubo ao bloco digestor elevando lentamente a temperatura até 400 °C;
- Realizar digestão por cerca de 1 hora e 30 minutos, observando com frequência;
- Quando o conteúdo ficar verde claro, deixar mais 30 minutos aquecendo;
- Retirar o tubo do digestor, com auxílio de tenaz metálica, e deixar esfriar;
- Adicionar 5 a 10 ml de água destilada e colocar o tubo no destilador.

DESTILAÇÃO

Obs: Passar um tubo com água destilada no destilador antes da análise

- Verificar o nível de água do reservatório (no mínimo até a marca branca);
- Ligar o aquecimento no nível 1;
- Fazer dois testes em branco (sem amostra);
- Colocar 20 ml de solução de ácido bórico mais 0,8 ml, ou de 3 a 10 gotas, de cada indicador num erlenmeyer e colocar no destilador com a ponta do condensador imergindo na solução;
- Encaixar o tubo digestor no destilador;
- Colocar no reservatório 20 ml de NaOH (1:2) e adicionar lentamente a soda por gravimetria, abrindo a torneira;
- Liberar a soda até que a amostra no tubo de digestão fique marrom;
- Aumentar o aquecimento para o nível 2;
- Destilar o conteúdo no tubo até que aconteça a viragem da cor do ácido bórico de rosa para verde no erlenmeyer;
- Marcar 10 minutos depois da viragem;

TITULAÇÃO

- Titular a solução do erlenmeyer (cor verde) com a solução de HCl 0,02 N até coloração rosa.

Obs.: Observar o nível de água no reservatório atrás do destilador quando começar a ferver. Se o nível estiver baixo e a luz verde a direita do aparelho começar a piscar, esperar acabar a destilação, retirar a amostra, desligar o aquecimento e ligar o botão da direita até a água alcançar o nível suficiente.

CÁLCULO

$$\%N = \frac{(V_a - V_b) \times N \times 14 \times 100}{\text{peso da amostra (mg)}}$$

V_a = volume de HCl gasto na titulação da amostra (ml)

V_b = volume de HCl gasto na titulação do branco (ml)

N = normalidade da solução de HCl

14 = peso molecular do nitrogênio

100 = porcentagem

% proteína = % N x fator específico

Fator específico para a maioria dos alimentos = 6,25

7.1.4 DETERMINAÇÃO DE GORDURA - MÉTODO COM EXTRATOR SOXHLETMATERIAL

Aparelho de extração Soxhlet completo

Suporte metálico

Agarradeira metálica

Papel de filtro ou cartucho de extração

Balança analítica

Estufa (200 °C)

Tenaz metálica

Dessecador

Balão de fundo chato

Proveta

Banho termostatizado com refrigeração e circulação

REAGENTE

Éter etílico ou Hexano (PA)

PROCEDIMENTO

- Retirar da estufa com o auxílio da tenaz metálica, o balão, que permaneceu na estufa por 2 h a 103 °C-105 °C;

- Esfriar em dessecador por 15 min;
- Pesar o balão em balança analítica (4 casas) e anotar o peso;
- Pesar a amostra num papel de filtro ou cartucho de celulose, anotar o peso da amostra e amarrar as extremidades, se for necessário, ou fechar os cartuchos com algodão;
- Colocar a amostra na secção central do extrator;
- Adicionar 150 ml de éter ou hexano no balão (uma vez e meia o volume do extrator);
- Montar o aparelho, ligar o banho refrigerante para a passagem de água no condensador, e a chapa aquecedora, colocando sobre esta o balão acoplado ao extrator;
- Aquecer e destilar por 2 h;
- Desmontar o aparelho de extração;
- Evaporar o solvente;
- Completar a evaporação em estufa a 103 °C-105 °C até peso constante;
- Esfriar em dessecador;
- Pesar e anotar os dados.

CÁLCULO

$$\% \text{ GORDURA} = [(P_f - P_i) \times 100] / P_a$$

P_i = peso do balão (g)

P_f = peso do balão com gordura (g)

P_a = peso da amostra utilizada (g)

100 = para obter em porcentagem

Expressão do resultado: % de gordura ou gramas de gordura por 100 gramas de amostra.

7.1.5 DETERMINAÇÃO DE FIBRAS

MATERIAL

Béquer de 600 ml

Kitassato de 1000 ml

Cadinho filtrante em vidro

Balança analítica

Proveta de 50 ml

Digestor de fibras

Sistema de filtração – bateria de cadinhos filtrantes

Banho termostaticado com refrigeração e circulação

Bomba de vácuo

REAGENTES

Ácido sulfúrico 0,3 N (H_2SO_4 0,3N)

Hidróxido de sódio 1,5 N (NaOH 1,5 N)

Álcool etílico

Éter etílico

Água destilada

PREPARO DAS SOLUÇÕES DA AULA

- Ácido sulfúrico 0,3N: Adicionar lentamente 8,2 ml de H_2SO_4 ($d = 1,8356 \text{ g/mL}$) em 950 mL de água destilada e manter sob agitação. Passar para um balão volumétrico e completar o volume até 1000 ml com água destilada. OBS: Concentração final = 0,3011 N.

- Hidróxido de sódio 1,5 N: Adicionar, lentamente, 6g de NaOH em 90 mL de água destilada, manter sob agitação. Passar para balão volumétrico e completar o volume para 100 mL com água destilada. OBS: Concentração final = 1,5025 N.

PROCEDIMENTO

- Colocar o cadinho filtrante na estufa por 2 h a temperatura de 105°C , esfriar em dessecador e pesar em balança analítica;

- Colocar o cadinho filtrante no sistema de filtração;

- Pesar 1 g de amostra em béquer de 600 ml;

- Adicionar 50 ml de ácido sulfúrico 0,3 N no béquer;

- Adaptar o béquer ao digestor de fibras ligado ao banho refrigerante de refluxo;

- Deixar ferver por 30 minutos após iniciada a ebulição;

- Esfriar e adicionar 25 ml de hidróxido de sódio 1,5 N;

- Ferver por 30 minutos;

- Esfriar, verter o conteúdo no cadinho filtrante e filtrar à vácuo (sistema de filtração);

- Lavar o cadinho filtrante com água destilada até o líquido de filtragem ficar neutro ($\text{ph} = 7$).

Medir com fita medidora de pH;

- Lavar 3 vezes com álcool etílico, usando de 5 a 10 ml em cada lavagem;

- Repetir a lavagem usando éter etílico;

- Secar o cadinho filtrante em estufa;

- Tirar da estufa e esfriar em dessecador;

- Pesar (peso constante) e calcular o teor de fibras.

CÁLCULO

$$\% \text{Fibras} = \frac{(\text{Pf} - \text{Pi}) \times 100}{\text{peso da amostra (g)}}$$

Pf= peso do cadinho filtrante + peso da fibra (g)

Pi = peso do cadinho filtrante (g)

100 = porcentagem

Expressão do resultado = % de fibra ou g de fibras por 100 g amostra

7.1.6 DETERMINAÇÃO DE AÇÚCARES TOTAISMATERIAL

Tubos de ensaio

Balões volumétricos de 50 e 25 mL

Papel filtro

Pipetas volumétricas

Pipetas mohr

Agitador

Grade para tubos

Banho-maria

Centrifuga

Balão volumétrico

Espectrofotômetro UV-Visível ou Leitor de Microplacas

REAGENTES

Etanol 80%

Solução de fenol 5%

Ácido Sulfúrico concentrado

Solução de glicose 100µg/mL

PREPARO DAS SOLUÇÕES DA AULA

- Etanol 80%: Adicionar a um balão volumétrico (100 ml) 80 ml de Etanol Absoluto e completar até a marca o volume com água destilada.

- Solução de Fenol 5%: Dissolver 5g de Fenol em 100 ml de água destilada.
- Solução de Glicose 100 μ g/mL: Dissolver 0,001 mg de Glicose Anidra em 1 mL de água destilada.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

1. Extração alcoólica

- Pesar 500mg da amostra homogeneizada em tubo de centrifuga e proceder com a extração;
- Adicionar 10 mL de álcool 80% e manter em banho-maria por 15 minutos com agitação;
- Equilibrar o tubo em par com etanol 80%;
- Centrifugar a 10.000 RPM por 15 minutos;
- Transferir 1 mL do sobrenadante para um balão volumétrico de 50 mL e completar o volume com água destilada (diluição 50 vezes);
- Pipetar 1 mL da solução do balão e colocar em outro balão volumétrico de 25 ml, completar o volume com água destilada (diluição de 25 vezes);
- Retirar uma alíquota de 1 mL e transferir para tubo de ensaio;

Obs: repetir os procedimentos com mais dois tubos de forma a ter uma triplicata da amostra. Em um quarto tubo, colocar 1 mL de água (branco da análise).

2. Determinação de Açúcares Totais

NOTA. Realizar todo o procedimento para um tubo antes de seguir com o seguinte.

- Preparar uma diluição da amostra em água destilada, procurando fazer com que a concentração de carboidratos se encontre no intervalo de sensibilidade do método (10-100 μ g/mL) → curva-padrão;
- Em tubos de ensaio colocar 1 mL da solução da amostra;
- Para cada tubo adicionar 0,6 mL de fenol a 5% e homogeneizar;
- Adicionar cuidadosamente 3,6 mL de ácido sulfúrico concentrado e homogeneizar;
- Esfriar a temperatura ambiente (aproximadamente 30 min) ou em banho de gelo e água;
- Proceder à leitura em espectrofotômetro ou leitor de microplacas a 490 nm, frente a um branco preparado da mesma forma substituindo a amostra por água desmineralizada;

- Calcular o teor de açúcares redutores (totais) da amostra utilizando a curva padrão de glicose.

CÁLCULOS

$$y = ax + b$$

$$FC = \text{Média } (C_p/A_p)$$

$$C = A \cdot FC$$

Onde:

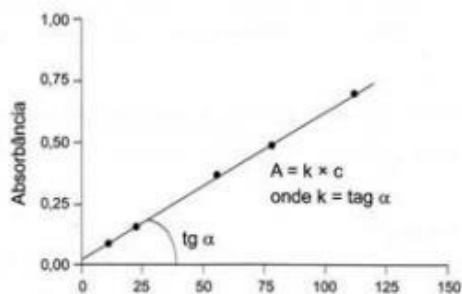
FC - fator de conversão ou fator da curva

A_p - absorvância do padrão

C_p - concentração do padrão

C - concentração da amostra

A - absorvância da amostra



Curva de Calibração: Absorbância em função da Concentração

CURVA PADRÃO DE GLICOSE

Água	Solução de glicose	Concentração final µg/mL	Fenol Sulfúrico 5%.	Ácido sulfúrico concentrado	Ab s 1	Ab s 2	Ab s 3	Média	Desvio Padrão
0	1	100	0,6	3,6					
0,2	0,8	80	0,6	3,6					
0,4	0,6	60	0,6	3,6					
0,6	0,4	40	0,6	3,6					
0,8	0,2	20	0,6	3,6					
0,9	0,1	10	0,6	3,6					
1	0	0	0,6	3,6					

CURVA DA AMOSTRA

Amostra	Peso da amostra	Diluição	Abs 1	Abs 2	Abs 3	Média	Desvio padrão
Sopa							
Cereal							
Miojo							
Batata							
Leite							



7.1.7 NOÇÕES DE MICROSCOPIA DE ALIMENTOS - MÉTODOS DE SEDIMENTAÇÃO, FLUTUAÇÃO E FILTRAÇÃO

7.1.7.1 MÉTODO 1: CAFÉ MOÍDO – TÉCNICA DE SEDIMENTAÇÃO PARA SUJIDADES PESADAS, AREIA E TERRA

Obs.: Deixar uma amostra pronta na véspera para ser filtrada

MATERIAIS

Béquer de 600mL

Funil de Büchner

Papel de filtro isento de cinzas

REAGENTES

Clorofórmio(CHCl_3)

Tetracloroeto de carbono (CCl_4)

EQUIPAMENTOS

Balança

Capela

Bomba ou trompa de vácuo

PROCEDIMENTO:

- Pesar 100g de amostra em um béquer de 600mL, adicionar 350mL de CHCl_3 e ferver durante 15 minutos agitando ocasionalmente (em capela);
- Lavar as paredes do béquer com CHCl_3 . Deixar a mistura esfriar e decantar durante 15 minutos, agitando ocasionalmente a camada superior;
- Decantar cuidadosamente o CHCl_3 e o material flutuante em papel de filtro de 15 cm de Büchner sem perturbar o resíduo pesado do fundo do béquer;



- Repetir a decantação com pequenas quantidades de CHCl_3 , até que praticamente nenhum tecido vegetal permaneça no fundo do béquer;
- A densidade aparente do CHCl_3 pode ser aumentada com CCl_4 , para flutuar com mais eficiência o material vegetal. Não usar CCl_4 além de uma parte deste para uma parte de CHCl_3 ;
- Transferir o resíduo do béquer para papel de filtro isento de cinzas e examinar sujidades com auxílio de microscópio;
- Se o resíduo for grande, incinerar o papel de filtro e determinar o peso da terra, areia, etc.

7.1.7.2 MÉTODO 2: FARINHA DE TRIGO - SUJIDADES LEVES POR FLUTUAÇÃO

Obs.: Deixar uma amostra pronta na véspera para ser filtrada!

MATERIAIS:

Béqueres de 1L e de 2L

Percolador

Bastão de vidro

Papel de filtro

EQUIPAMENTOS:

Balança semi-analítica

Autoclave

Barra magnética

Bastão de agitação

Placa de aquecimento com agitação magnética

Microscópio estereoscópico

REAGENTES:

Solução de ácido clorídrico: 3+97 (HCl 3+97)

Óleo mineral



Álcool

Lauril sulfato de sódio 5% em H₂O

PREPARO DAS SOLUÇÕES DA AULA

- Solução de ácido clorídrico 3+97: Coloque 97 ml de água destilada em um balão volumétrico, adicionar 3 ml de ácido clorídrico concentrado.
- Solução Lauril sulfato de sódio 5% em H₂O: pesar 5 g de Lauril sulfato de sódio e transferir para um balão volumétrico de 100 ml e completar com água destilada.

PROCEDIMENTO:

- Colocar 50g de farinha para digerir em béquer de 2L com cerca de 600mL de HCl (3+97) em autoclave a 121C durante 5 minutos;
- Transferir imediatamente o digerido para o béquer de 1 litro, usando HCl (3+97) a temperatura ambiente para ajudar na transferência;
- Adicionar 50mL de óleo mineral e agitar magneticamente durante 5 minutos;
- Colocar HCl 3% no percolador (5cm);
- Transferir o material do béquer para o percolador e reter o béquer;
- Deixar em repouso durante 30 minutos agitando com o bastão de vidro, cuidadosamente durante os primeiros 10 minutos;
- Drenar a camada inferior até cerca de 3cm da interface, lavar os lados do percolador com água morna e deixar as camadas separarem por cerca de 2-3 minutos;
- Repetir a drenagem e o enxágüe com água, até que a camada inferior se torne límpida;
- Após a lavagem final, drenar a camada de óleo para o béquer que ficou retido, enxaguando as paredes do percolador com água e álcool;
- Se tiver muito resíduo adicionar cerca de 3% (v/v) de HCl e ferver durante 3-4 minutos em placa quente;
- Filtrar a solução quente através do papel de filtro riscado, lavar cuidadosamente o béquer e o funil com água, álcool e solução detergente (lauril sulfato de sódio a 5%);
- Filtrar cada material de lavagem separadamente através do mesmo papel de filtro e examinar com auxílio de microscópio.



7.1.7.3 MÉTODO 3: AÇÚCAR POR FILTRAÇÃO

MATERIAL

Béquer

Funil de Buchner

Papel de filtro riscado

EQUIPAMENTOS

Balança semi-analítica

Placa de aquecimento

Bomba ou trompa de vácuo

Microscópio estereoscópico

PROCEDIMENTO:

- Dissolver 100g de amostra em cerca de 200mL de água aquecida (cerca de 70C);
- Ferver e filtrar imediatamente através de papel de filtro de rápida filtração em funil de Buchner;
- Examinar com auxílio de microscópio;

7.1.8 IDENTIFICAÇÃO E QUANTIFICAÇÃO DE SUBSTÂNCIAS BIOATIVAS EM ALIMENTOS POR HPLC

MATERIAL

HPLC com coluna C 18 fase reversa 250 micrometros x 4,6 micrometros

REAGENTES

1 L de solução A de ácido acético 1%

1 L de solução B (solução A 4: 6 metanol)

Padrões de ácido gálico 300ppm, ácido caféico 300ppm, ácido ferúlico 300ppm, ácido vanílico 300ppm e mistura de 2 padrões.

PREPARO DAS SOLUÇÕES-PADRÃO

- Pesar 0,006 g de cada padrão e diluir em metanol até massa final de 1g.
- Desta solução-estoque de 6000ppm, pipetar 0,05 mL e diluir para 1mL com metanol para obtenção da concentração final de 300ppm.

PREPARO DAS SOLUÇÕES A E B

- Solução A: Pipetar em um balão volumétrico de 1L, 10mL de ácido acético e completar o volume com água destilada ou grau HPLC. Agitar e guardar em frasco âmbar com a identificação da solução.
- Solução B: Com auxílio de uma proveta de 1L, medir 400mL da solução A e verter em um balão volumétrico de 1L. Completar o volume com metanol.

PROCEDIMENTO

Para iniciar as atividades devem ser seguidos os seguintes procedimentos:

- Verificar se os reservatórios de fase móvel estão cheios e abastecê-los caso não estejam;
- Verificar se os coletores de solvente estão cheios, descartar os solventes caso estejam;
- Ligar os estabilizadores da direita para a esquerda, o do computador é o ultimo a ser ligado;
- Ligar os equipamentos da direita para a esquerda;
- Lavar as bombas:
- Abrir a válvula preta, 2 voltas;
- Apertar a tecla “PURGE”, 1 minuto para cada bomba (A, B, C) somente deve ser feito com as bombas que estão em uso;
- Ao término aperte a tecla “STOP” e feche a válvula preta completamente;
- No caso de utilização do sistema de injeção automática clicar em “SERIAL” no amostrador automático;

Para configurar o equipamento, seguir os seguintes passos:

- Clicar em System Control/Automation;
- Clicar em Instrument Parameters e dar nome ao equipamento e ao operador;
- Clicar em Instrument e selecionar o equipamento (1,2 ,3 ou 4);
- A tela System Control - com o nome do equipamento irá aparecer, por exemplo, System Control - GC 3400;
- O instrumento já está configurado e o próximo passo será criar um método e depois ativá-lo para que a análise possa ser executada;
- Para ativar o método de análise de fenóis, seguir os seguintes passos:
 - A partir da janela System Control, clicar em File - Activate Method e na tela que será aberta, selecionar o método desejado (Método Yacon 2007) e clicar Abrir;
 - O método será então ativado e na barra de status do System Control aparecerá o nome do método que está ativo;
- Injeção de uma única amostra (Inject Single Sample). Para fazer a injeção de uma única amostra, seguir os seguintes passos:
 - Clicar em “Pump” no computador e esperar que o valor da Pressão Atmosférica se estabilize;
 - A partir da janela System Control, clicar em Inject - Inject Single Sample;
 - Dar um nome à amostra no campo Sample Name;
 - Selecionar o tipo de amostra no campo Sample Type;
 - Entrar com a quantidade de injeções no campo Inj, (se quiser colocar alguma observação clicar no campo Injection Notes e na janela que abrirá digitar a observação e clicar em OK para fechar a janela), e por fim, selecionar o Canal a ser utilizado;
 - Para selecionar o canal a ser utilizado, clicar em MultiChannel/MultiStandard;
 - Selecionar o canal no campo Detector Channel e depois clicar Ok;
- Com o procedimento acima serão injetadas as amostras de cada padrão na véspera da aula para caracterização dos padrões externos. Verificar os cromatogramas e respectivos tempos de retenção;
- No momento da aula será injetada uma mistura de dois padrões desconhecidos em concentrações diferentes de 300 ppm, para identificação e quantificação pelos alunos.



7.1.9 NOÇÕES DE ANÁLISE SENSORIAL: DETERMINAÇÃO DO ÍNDICE LIMIAR DE GOSTO PRIMÁRIO E MÉTODO TRIANGULAR

MATERIAL

12 erlenmeyers de 1000 mL

Copos para apresentação das amostras

Sacarose

Proveta de 100mL

PREPARO DAS SOLUÇÕES

- Rotular 12 erlenmeyers com 50; 25; 12.5; 6.25; 3.125; 1.56; 0.78; 0.39; 0.195; 0.097; 0.048; 0.024;
- Pesar 500 g de sacarose;
- Adicionar pequena quantidade destilada ao erlenmeyer rotulado com 50, dissolver a sacarose (500g) e completar o volume para 1000 mL (50% p/v);
- Retirar uma alíquota de 500 mL para o erlenmeyer rotulado com 25, completando o volume para 1000 mL (25% p/v).
- Repetir o procedimento anterior até a obtenção de 1000 mL de solução das séries nas seguintes concentrações:

50	
25	
12.5	
6.25	
3.125	<i>Solução no.8</i>
1.56	<i>Solução no.7</i>
0.78	<i>Solução no.6</i>
0.39	<i>Solução no.5</i>
0.195	<i>Solução no.4</i>
0.097	<i>Solução no.3</i>
0.048	<i>Solução no.2</i>
0.024	<i>Solução no.1</i>



PROCEDIMENTO:

- O método triangular será utilizado para apresentação das amostras na determinação do índice de limiar de detecção e de reconhecimento do gosto doce. Apresentam-se oito séries de três amostras (em ordem crescente de concentração): em cada série (triângulo), uma amostra é a solução de sacarose e as outras duas são água à mesma temperatura. Solicita-se ao provador analisar cada série, selecionar a amostra diferente e, se possível, identificar qual o estímulo. O procedimento de apresentação das amostras para determinação do limiar da sacarose será:

Rotular copos (copos plásticos), como mostrado abaixo:

1 ^a	1B	1C	<i>Solução no. 1</i>
2 ^a	2B	2C	<i>Solução no.2</i>
3 ^a	3B	3C	<i>Solução no.3</i>
4 ^a	4B	4C	<i>Solução no.4</i>
5 ^a	5B	5C	<i>Solução no.5</i>
6 ^a	6B	6C	<i>Solução no.6</i>
7 ^a	7B	7C	<i>Solução no.7</i>
8 ^a	8B	8C	<i>Solução no.8</i>

- Decidir aleatoriamente em qual dos três copos de cada triângulo deve ser colocada a amostra (aproximadamente 30 mL de solução de sacarose). Nos outros dois copos colocar a mesma quantidade de água à mesma temperatura da amostra.
- Apresentar todas as amostras de uma vez. O provador avalia e completa a folha de respostas, selecionando a amostra que julgar diferente e, se possível, identificar o gosto primário.

Obs.: O provador não é informado sobre qual gosto primário se está determinando o limiar. Assim, o teste é realizado em cabines individuais antes de se fornecer os roteiros aos estudantes (provadores).



7.2 TESTE DISCRIMINATÓRIO: MÉTODO TRIANGULAR

MATERIAL:

Copos de café para apresentação das amostras.

Copos para água

Produtos :

2000 mL de suco de caju

1000mL de suco de caju com 0,1% de ácido cítrico

Água para consumo humano.

PROCEDIMENTO:

- Apresenta-se aos provadores, em cabines individuais, um triângulo de amostras de cada vez, com aproximadamente 30mL de cada amostra devidamente codificadas com número aleatório de 3 dígitos, sendo duas delas idênticas. No conjunto de todo o teste, as amostras devem ser analisadas em grupamentos balanceados. (AAB, ABA, BAA, BBA, BAB, ABB), evitando, assim, que resultados tendenciosos comprometam o desenvolvimento do teste. Solicita-se que os provadores analisem as amostras e identifiquem qual delas é a diferente; deve-se enxaguar a boca após cada degustação e esperar trinta segundos.

Ficha de resposta:

Nome:

Data:

Duas das três amostras apresentadas são idênticas. Por favor, prove as amostras da esquerda para a direita e circule o código daquela que lhe pareça diferente. Enxágüe a boca após a degustação e espere trinta segundos.

718 132 511



Comentários:

TABULAÇÃO E ANÁLISE DOS RESULTADOS:

As fichas de respostas são organizadas, sendo separadas e anotadas aquelas de seleções corretas da amostra diferente. Como observado anteriormente, a probabilidade de selecionar a amostra diferente por acaso, em cada julgamento é um terço. O número X de seleções corretas em N julgamentos independentes segue a distribuição binomial, com $p = 1/3$. Neste teste, a hipótese de nulidade $H_0: p = 1/3$ e a sua alternativa é $H: p > 1/3$ (unilateral). Se, em determinado teste de N julgamentos ocorrer $X = X_1$, a $P(X > X_1)$ pode ser estimada pela aproximação normal da distribuição binomial. Alternativamente, pode ser estimado o número X de seleções corretas, considerando um determinado nível de probabilidade. Estes valores de X já estão tabelados para alguns valores de N e níveis de probabilidade.

7.2.1 ANÁLISE DE MINERAIS EM PESCADO

MATERIAL

Balões volumétricos de 50mL

Bloco digestor

Tubos para bloco digestor

Fotômetro de chamas

Filés de pescado

100mL de HNO_3 (Merck)

50mL de H_2O_2 30%

Água deionizada

PROCEDIMENTO

- Pesar 1 g de filé de peixe liofilizado;
- Transferir para um tubo digestor;
- Adicionar 3 mL de ácido nítrico concentrado da marca merck;



- Adicionar 2 mL de água;
- Colocar no tubo digestor e aquecer a 50°C. Aquecer gradativamente até atingir 150 °C. A digestão deve ser feita até que o material fique translúcido (aproximadamente 1 hora e meia);
- Transferir para um balão volumétrico de 50mL e completar com água deionizada;
- Transferir o material para tubos Falcon e armazenar para leitura em fotômetro de chamas.

7.2.2 CONTROLE DE QUALIDADE DE LEITE FLUIDO

7.2.2.1 TESTE DO ALIZAROL

PRINCÍPIO

Baseia-se no mesmo fundamento do teste do álcool, porém, um indicador de pH (alizarina) permite estimar o pH da amostra, auxiliando a diferenciação entre o desequilíbrio salino e a acidez excessiva.

VIDRARIAS

Tubo de ensaio

Pipeta graduada de 2mL, com intervalo de graduação de 0,1mL

Suporte para tubos de ensaio

REAGENTES

Solução de Alizarol 68 °GL

PREPARO DAS SOLUÇÕES

- Solução de Alizarol 68 °GL: Dissolver, lentamente, 0,2 g de Alizarina em 100 ml álcool etílico neutralizado de concentração variável de 68 à 78%.

PROCEDIMENTO

- Transferir para um tubo de ensaio, partes iguais (2mL) de leite e de alizarol e misturar por inversão do tubo 2 a 3 vezes.

RESULTADO

- Coloração violeta: suspeita de fraude com alcalinos ou com água.
- Coloração rósea-salmão: leite normal;
- Coloração amarela com coagulação: leite ácido

7.2.2.2 DETERMINAÇÃO DA ACIDEZ PELO MÉTODO DORNIC

PRINCÍPIO

Consiste na titulação de determinado volume de leite por uma solução alcalina de concentração conhecida (hidróxido de sódio 0,111N), utilizando como indicador a fenolftaleína. O resultado pode ser expresso em graus Dornic (°D) ou porcentagem de compostos com caráter ácido, expressa como ácido láctico.

MATERIAL

Bequer 100 ml

Pipeta volumétrica, capacidade de 10mL

Bureta, capacidade de 25 mL, intervalo de graduação de 0,05mL

REAGENTES

Solução de hidróxido de sódio 1/9 M (Solução Dornic - 4,44 g NaOH/ 1000)

Fenolftaleína alcoólica 1 %

PREPARO DAS SOLUÇÕES

- Solução Dornic (NaOH 0,1N): Adicionar, lentamente, 4,44 g de NaOH em 900 ml de água destilada, manter sob agitação. Passar para balão volumétrico e completar o volume para 1000 ml com água destilada.

- Fenolftaleína alcoólica 1 %: Dissolver 1 g de fenolftaleína em 100 ml de álcool etílico.



PROCEDIMENTO

- Transferir 10 mL de leite para o erlenmeyer
- Adicionar 3 a 5 gotas de fenolftaleína
- Titular a amostra com a solução de hidróxido de sódio 1/9 M até aparecimento de coloração rosa que persista.

CÁLCULO

Cada 0,1 ml de reagente Dornic corresponde a 1°D e cada 1°D corresponde a 0,01% de acidez expressa com ácido láctico.

Exemplo: na titulação gastou-se 2 ml do reagente Dornic : → 20°Dornic = 0,2% ácido láctico.

INTERPRETAÇÃO

Leite ácido > 21°D

Fresco 15 a 20°D

Básico < 14°D

7.2.2.3 DETERMINAÇÃO DA DENSIDADE PELO MÉTODO DO LACTODENSÍMETRO

PRINCÍPIO

A determinação da densidade é feita em função do princípio de Arquimedes; “todo corpo mergulhado em um fluido recebe um empuxo vertical, de baixo para cima, igual ao peso do fluido deslocado pelo corpo”. Assim, a imersão do densímetro de massa constante no líquido provocará o deslocamento de uma quantidade deste, que será, em massa, igual ao densímetro utilizado, e, em volume, proporcional à densidade da amostra. Esse deslocamento fará o líquido alcançar um valor na escala, graduada em graus densiométricos.

MATERIAL

Proveta de 250 ml

Lactodensímetro



Termômetro

PROCEDIMENTO

- Homogeneizar a amostra;
- Transferir 180 ml de leite para a proveta, evitando formar espuma;
- Medir a temperatura do leite;
- Introduzir o lactodensímetro deixando-o flutuar e anotar o valor que coincide com o menisco formado;
- O valor corresponde a 2° e 3° casa decimal da densidade, ou seja se a leitura for 30 a densidade é de 1,030.

CÁLCULO

Corrigir a densidade lida para a densidade a 15°C por meio da fórmula abaixo:

$$D_{15} = D_{lida} + (T-15) \times K$$

Sendo:

D_{15} = densidade corrigida para 15°C

D_{lida} = densidade lida no lactodensímetro.

K = fator que apresenta os seguintes valores, de acordo com a temperatura da amostra:

K = 0,2 (temperaturas de até 25°C)

K = 0,25 (temperaturas entre 25,1 e 30 °C)

K = 0,3 (temperatura superior a 30,1°C).

INTERPRETAÇÃO

Densidade normal do leite entre 1,028 e 1,035 a 15°C

7.2.2.4 TEOR DE GORDURA NO LEITE

PRINCÍPIO

Baseia-se na separação e quantificação da gordura por meio do tratamento da amostra com ácido sulfúrico e álcool amílico. O ácido dissolve as proteínas que se



encontram ligadas à gordura, diminuindo a viscosidade do meio, aumentando a densidade da fase aquosa e fundindo a gordura, devido à liberação de calor proveniente da reação, (o que favorece a separação da gordura pelo extrator 9 álcool amílico). A leitura é feita em escala graduada do butirômetro, após centrifugação e imersão em banho-maria.

MATERIAL:

Butirômetro de Gerber.

Pipeta graduada, capacidade de 1,0 mL.

Pipeta graduada, capacidade de 10 mL.

Pipeta volumétrica, capacidade de 11 mL.

Banho-maria regulado em 65 a 66°C.

Centrífuga de Gerber.

Estante para butirômetro

Termômetro com escala de 0 a 100°C, intervalo de graduação de 0,1°C.

REAGENTES

Álcool amílico R $d_{20} = 811\text{g/L}$

Ácido sulfúrico (H_2SO_4) $d_{20} = 1.825\text{g/L}$

PREPARO DA SOLUÇÃO

- Ácido sulfúrico $d_{20} = 1.825\text{g/L}$: Pesar 169 g de H_2SO_4 ($d = 1,84$) em balão volumétrico e completar o volume até 100 ml com água destilada.

PROCEDIMENTO

- Transferir para um butirômetro de Gerber, 10 mL de ácido sulfúrico;
- Adicionar, cuidadosamente, 11 mL de leite, com o auxílio de uma pipeta volumétrica;
- Limpar o gargalo com auxílio de papel absorvente e vedar;
- Envolver em toalha e agitar vigorosamente;
- Centrifugar por 4-5 minutos a 1200-1400rpm;



- Deixar em banho-maria por 2-3 minutos;
- E fazer a leitura na escala do próprio butirômetro.

INTERPRETAÇÃO

- Resultado Direto: em % m/v.

7.2.3 EXTRATO SECO TOTAL - MÉTODOS INDIRETOS

PRINCÍPIO

A aplicação de fórmulas matemáticas ou utilização de instrumentos apropriados permite calcular o extrato seco total a partir da densidade (refazer a análise de densidade como na aula anterior) e da gordura do leite.

FÓRMULAS:

Fórmula de Fleishmann

$$\% ES = 1,2 \times Gd \times 2,665 \times [(D-1)/D] \times 100$$

FÓRMULA DE HALENKE E MOESLINGER

$$\%ES = (5 \times Gd + D) /4 + 0,07.$$

FÓRMULA DE FURTADO

$$\%ES = 1,2 \times Gd + 0,25 \times D + 0,25.$$

Sendo: %ES = teor de extrato seco total, em % m/v.

Gd = Gordura da amostra em % m/v.

D = densidade da amostra, em g/mL (Fórmula de Fleischmann) ou g/L omitindo-se os dois primeiros algarismos (fórmulas de Halenke e Moeslinger e de Furtado).

EXTRATO SECO DESENGORDURADO

Dispondo-se das porcentagens de extrato seco total e de gordura, ao subtrairmos da primeira a segunda, obtemos o extrato seco desengordurado, que em leite normal, apresenta valor mínimo de 8,25%.

7.2.4 PONTO DE CONGELAMENTO – CRIOSCOPIA

PRINCÍPIO

A crioscopia do leite corresponde à medição do ponto de congelamento ou da depressão do ponto de congelamento em relação ao da água. A composição do leite gera um valor aproximado de $-0,531^{\circ}\text{C}$ ($-0,550^{\circ}\text{H}$) para o ponto crioscópico. Este valor depende de uma série de fatores relacionados ao animal, ao leite, ao ambiente, ao processamento e às técnicas crioscópicas.

CRIOSCOPIA MANUAL

A crioscopia manual foi o primeiro processo desenvolvido para a determinação do ponto de congelamento do leite, mas tem sido progressivamente substituída pela crioscopia eletrônica.

O crioscópio é constituído por uma cuba cilíndrica de aço inox, parede dupla, com tampa, na qual é colocada uma mistura refrigerante, mantida sob agitação e com temperatura controlada entre -5 e -8°C . A amostra é colocada em um tubo de vidro com rolha de borracha perfurada, por onde passam um agitador e o termômetro de Beckmann.

A calibração do crioscópio manual é realizada com auxílio de soluções padrão, com pontos de congelamento acima e abaixo da faixa usual do leite, permitindo calcularo ponto de congelamento das amostras. As soluções padrão mais indicadas são:

-cloreto de sódio 6,859 g/L a 20°C $\rightarrow -0,408^{\circ}\text{C}$ ($-0,422^{\circ}\text{H}$).

-cloreto de sódio 10,155g/L a 20°C $\rightarrow -0,600^{\circ}\text{C}$ ($-0,621^{\circ}\text{H}$).

EQUIPAMENTO

-Crioscópio de Beckmann completo.



SOLUÇÕES E REAGENTES

-Mistura refrigerante (2kg de gelo moído, 300g de cloreto de sódio e 1L de água destilada), temperatura de -5 a -8°C ;

-Soluções padrão de cloreto de sódio ($-0,0422$ e $-0,621^{\circ}\text{H}$) conforme descrito acima;

PROCEDIMENTO

Após a calibração do equipamento com a solução de cloreto de sódio, coloque o leite no tubo do crioscópio, e o termômetro, verifique a decida na escala de temperatura e posterior ascensão. Anotar a temperatura constante após a ascensão.

O cálculo da estimativa de fraude por adição de água pode ser realizado por meio da fórmula abaixo:

$$\% \text{H}_2\text{O} = T - T_a / T (100 - \text{ES})$$

sendo:

$\% \text{H}_2\text{O}$: porcentagem de fraude com água;

T = depressão do ponto de congelamento do leite autêntico;

T_a = depressão do ponto de congelamento da amostra;

ES = % extrato seco da amostra.

7.2.5 ANÁLISE DE CONTROLE DE QUALIDADE DE SUCOS E BEBIDAS

MATERIAL

1 garrafa de suco integral sabor maracujá

1 garrafa de suco integral sabor uva

1 embalagem de néctar de pêssego

1 embalagem de néctar de goiaba

1 embalagem de néctar de manga

1 embalagem de néctar de morango

1 litro de vinho branco seco

1 litro de vinho tinto suave

1 litro de cachaça 51

7.2.5.1 SÓLIDOS SOLÚVEIS TOTAIS (SST)

MATERIAL

1 Pisseta

1 refratômetro

MATERIAL POR GRUPO

1 bécker

1 pipeta de Pasteur

Para fins de controle de qualidade é usualmente o valor obtido pelo uso de um refratômetro convertido para uma escala de sólidos solúveis, assumindo-se que os sólidos solúveis consistem inteiramente de sacarose.

A determinação dos sólidos solúveis quando feita com o uso de um refratômetro tipo Abbé ou manual é um excelente exemplo de como devem ser as análises de controle de qualidade.

O procedimento completo consiste nada mais do que misturar e homogeneizar completamente a amostra, colocar uma ou duas gotas da mistura no refratômetro e ler o resultado.

OBS: para frutos que não contém suco suficiente é só diluir a polpa. EX. digamos que tenha pesado 10g de polpa e triturado com 20ml de água, com o filtrado ler no refratômetro, é só multiplicar a leitura do refratômetro por 3 (porque o volume final foi 3 vezes maior - 10 para 30)

7.2.5.2 ACIDEZ TOTAL TITULÁVEL (ATT)

MATERIAL

Pisseta com água destilada



1 proveta de 50mL
pHMetro
Agitador magnético com bailarinas
Bureta com suporte
1 bécker
1 pipeta de 10mL com pipetador
Balança analítica

REAGENTES

Solução alcoólica de fenolftaleína
Solução de NaOH 0,1M

PREPARO DAS SOLUÇÕES

- Preparo da solução de NaOH 0,1 mol/L: Em um Becker de 50 mL ou menor, pesar 4,0 g de NaOH e transferir, com água para um balão volumétrico de 1000 mL. Deixar esfriar e completar o volume com água recém destilada. Agitar levemente. Armazenar em frasco de polietileno rotulado corretamente. Guardar em frasco de polietileno para ser padronizado.

- Padronização da solução de NaOH 0,1 mol/L com HCl padronizado: Pipetar 20 mL da solução – padrão de HCl 0,1 mol/L. Transferir para um erlenmeyer de 250 mL. Adicionar 2 a 3 gotas da solução do indicador fenolftaleína (1% em álcool). Preparar a bureta com a solução de NaOH 0,1 molar preparada. Iniciar a titulação adicionando lentamente a solução de NaOH, com agitação constante até o aparecimento da Coloração rósea persistente anote o volume de NaOH gasto na titulação. Repetir a operação por mais duas vezes anotando sempre os volumes de NaOH gasto em cada titulação.

- Padronização da solução de NaOH 0,1 mol/L com biftalato de potássio: Pesar, com precisão, 0,500 grama de biftalato de potássio. Anotar o peso. Transferir, quantitativamente, com ajuda de 25 mL de água, para um erlenmeyer de 250 mL previamente identificado. Acrescentar 2 a 3 gotas do indicador fenolftaleína, titular com NaOH 0,1 mol/L até leve coloração rósea persistente. Anote o volume de NaOH gasto



na titulação. Repetir a operação por mais duas vezes sempre anotando o volume gasto de NaOH em cada operação.

Calcular o fator de correção em cada operação.

Exemplo para os cálculos

- Quando foi usando o HCl padronizado a Normalidade encontrada será calculada da seguinte forma:

Suponha que foi gasto 22,00 mL de NaOH 0,1 mol/L e que foi usado 20 mL de HCl 0,1 molar.

Usando a equação

$$N_1 \cdot V_1 = N_2 \cdot V_2$$

N_1 = Normalidade do HCl (0,1 x f)

V_1 = volume usado na titulação (20 ml)

N_2 = será a normalidade do NaOH real encontrada na operação

V_2 = o volume de NaOH consumido na titulação.

- Quando for usado o bftalato de potássio: Suponha que foi pesado exatamente 0,5006 grama de bftalato de potássio, e o volume de NaOH 0,1 N gasto na titulação foi 23,8 mL.

Para calcular a normalidade encontrada da solução de NaOH pelo principio da equivalência (meq. = miliequivalente. V= volume e N= Normalidade e o equivalente do bftalato é 204,2)

No. meq. de NaOH = No. De meq de bftalato de potássio.

No. meq. de NaOH = V x N e o No. de meq do bftalato = m(mg) de bftalato/(eq.

Então:

$$23,8 \times N = 500,6/204,2$$

$N = 0,103$ (esse é o valor prático da normalidade).

O fator em ambos os caso é calculado da seguinte forma:

f = Normalidade prático dividida pela Normalidade teórica

$$f = 0,103/0,1 = 1,030.$$

Calculo do pH no ponto de equivalência para usar o indicador sugerido:

O biftalato é um ácido fraco, portanto, é um exemplo da titulação de um ácido fraco com uma base forte. O pH no ponto de equivalência pode ser calculado pela seguinte fórmula:

$$\text{pH} = (\frac{1}{2} \text{pK}_w) + (\frac{1}{2} \text{pK}_a) + (\frac{1}{2} \log C)$$

$$\text{pK}_w = 14 ; \text{pK}_a = 5,41; C = 0,1 \text{ mol/L}$$

$$\text{pH} = 7 + 2,7 + (-\frac{1}{2}) = 9,2 \text{ (fenolftaleína fica rósea em } \text{pH} \geq 8,2\text{)}.$$

PROCEDIMENTO

- Tomar uma amostra de 10 (ml ou g) do tecido comestível homogeneizado ou do líquido num frasco Erlenmeyer de boca larga.

Acrescentar água destilada até o volume final de 50 mL.

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

- Procedimento volumétrico: Encher a bureta com NaOH 0,1 N e acrescentar á amostra diversas gotas de fenolftaleína (3 - 4). Agitar o frasco erlenmeyer, adicionando-se cuidadosamente o NaOH da bureta até a mudança de cor da solução para levemente róseo.

- Procedimento eletrométrico: Colocar os eletrodos do medidor de pH na amostra e acrescentar água destilada, se necessário, para cobrir os eletrodos completamente. Acrescentar NaOH 0,1 N da bureta, agitando a amostra continuamente até alcançar o pH de 8,1.

CÁLCULO

Para uma amostra de 10 g (ml) multiplicar o volume de NaOH 0,1 N (ml) pelo fator apropriado de acordo com o ácido listado abaixo.

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

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

CÁLCULO:

$$\% \text{ ácido cítrico} = \frac{V \times N \times \text{Meq}}{P} \times 100$$

V = volume de NaOH (mL)

N = normalidade do NaOH (0,1)

Meq = miliequivalente do ácido (0,064 p/ ácido cítrico)

P = peso da amostra (g)

7.2.6 AÇÚCARES TOTAIS**MATERIAL**

Balança

Chapa aquecedora com agitador magnético

01 espátula

03 funis

01 proveta de 50 ml

02 béqueres de 200 ml

02 béqueres de 50 ml

02 balões volumétricos de 250 ml

02 erlenmeyers de 250 ml

02 pipetas volumétricas de 10 ml

01 pipeta volumétrica de 20 ml

01 balão volumétrico de 100 ml



Barra magnética
01 bureta de 25 ml
Papel filtro
03 bastões de vidro

REAGENTES

Solução saturada de acetato neutro de chumbo
Sulfato de sódio seco
Soluções de Fehling tituladas
Sulfato de zinco 30%
Ferrocianeto de potássio a 15%

PREPARO DAS SOLUÇÕES

- Solução de Fehling A: Diluir 34,639g de $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$ (Sulfato de Cobre penta hidratado) em água destilada em um balão volumétrico de 1000ml e completar o volume. Guardar em frasco âmbar.

- Solução de Fehling B: Dissolver 173g de Tartarato duplo de Sódio e Potássio $\text{NaKC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ em 250 ml de água destilada e 50g de NaOH em 250 ml de água destilada e misture as 2 soluções em um balão volumétrico de 1000ml e completar o volume. Guardar em frasco âmbar.

- Soluções de sulfato de zinco ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$): Pese 15 g de $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ edissolva, lentamente, em 100 ml de água destilada.

- Solução de ferrocianeto de potássio ($\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$): Pese 15 g de $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ e dissolva, lentamente, em 100 ml de água destilada.

PADRONIZAÇÃO

- Preparar a solução de glicose, previamente seca em estufa e resfriada em dessecador a 1%. Colocar a solução na bureta. No erlenmeyer: 10ml da solução de Fehling A + 10ml da solução de Fehling B (só adicionar no momento da titulação) + 3 gotas do indicador azul de metileno e pérolas de vidro. Titular a quente, com a solução padrão de glicose. Anotar o volume.



$$\text{Fator} = \frac{\text{ml gasto na titulação da solução}}{100}$$

AMOSTRAS

Sucos, polpas de frutas, bebida.

PROCEDIMENTO

- Pesar exatamente cerca de 5g do material a ser analisado registrando o valor de pesagem (P_A);

- Transferir a amostra para um béquer de 200 mL com auxílio de 50 mL de água destilada. Misture com bastão de vidro. Aqueça em banho-maria por 5 minutos. Esfrie e filtre. Lave o béquer e o filtro com 50 mL de água;

- Adicionar 2 ml de HCl concentrado;

- Colocar em banho-maria a 60°C por 60 minutos;

- Esfriar e neutralizar o excesso de ácido com carbonato de sódio (Na_2CO_3) ou com hidróxido de sódio a 10%. Testar com papel de tornassol;

Atenção: se a solução for muito escura será necessário clareá-la adicionando 5ml de Sulfato de Zinco 30% e 5ml de Ferrocianeto de Potássio 15%, agitando após cada adição. Após a precipitação e filtrar.

- Receber o filtrado e as águas de lavagem em um balão volumétrico de 250 mL. Completar o volume do balão;

- Recolher o filtrado para titular a solução de Fehling;

- Titular em erlenmeyer de 250 mL a mistura de 10 mL de cada solução de Fehling medidos com pipetas volumétricas e adicionada de 40 mL de água destilada. A mistura deverá estar em ebulição e em constante agitação durante a titulação. A coloração deverá passar de azul para incolor com formação de resíduos de cor vermelha (V_T).

CÁLCULOS

$$\% \text{ Glicídios totais p/p} = \frac{\text{diluição} \times \text{fator} \times 100}{V_T \times P_A \text{ (g)}}$$



Resultado expresso em gramas de glicose por 100g (p/p)

* diluição = 250 mL

- Resultado expresso em gramas de sacarose por 100g (p/p)

7.2.7 GRADUAÇÃO ALCOÓLICA

MATERIAL

Alcoômetro

Proveta de 250mL

Conjunto de destilação

Este método é aplicável para a determinação da porcentagem de álcool em volume a 20°C em bebidas alcoólicas. A graduação alcoólica (% em volume) é obtida pela tabela de conversão da densidade relativa a 20°C determinada no destilado alcoólico da amostra. Algumas amostras não requerem destilação, como, por exemplo, bebidas destiladas, destilo-retificadas e misturas água-álcool.

PROCEDIMENTO

- Pipete 250 mL da bebida em balão de destilação;
- Destile e recolha o destilado em balão apropriado. Transferir para o balão volumétrico de 250mL completando o volume com água a 20°C;
- Fazer leitura no alcoômetro em graus Gay-Lussac;
- Para bebidas fermento-destiladas, fazer a leitura direta de 250mL na p

7.2.8 CONTROLE DE QUALIDADE DE ÓLEOS

AMOSTRAS

Óleo de Soja

Óleo de Girassol

Óleo de Milho



Azeite de Oliva
Óleo de Canola
Óleo de soja usado

7.2.8.1 ÍNDICE DE SAPONIFICAÇÃO

EQUIPAMENTOS

Balança analítica
Banho Refrigerador de Refluxo
Chapa elétrica
Bureta de 25 mL com suporte

MATERIAL

Balão de 250 mL
Pipeta de 1,0 mL
Papel de filtro
2 Béquers de 50 mL

REAGENTES

Solução alcoólica de hidróxido de potássio, 0,5N em EtOH95%
Solução alcoólica de fenolftaleína a 1%
Ácido clorídrico 0,5 N padronizado

PREPARO DAS SOLUÇÕES

- Solução alcoólica de hidróxido de potássio, 0,5 N em EtOH95%: Pesar 28,055 g de hidróxido de potássio transferir para um balão volumétrico de 1000 ml e completar o volume com Etanol à 95%.
- Solução alcoólica de fenolftaleína a 1%: Pesar 1 g de fenolftaleína transferir para um balão volumétrico de 1000 ml e completar o volume com álcool etílico à 95%.
- Ácido clorídrico 0,5 N padronizado: Colocar 45 ml de HCL em balão volumétrico de 1000 ml com 900 ml de água destilada e completar o volume à 20°C.



PROCEDIMENTO

- Pesar 5,0 gramas de amostra em balão de 250 mL. Filtrar em papel de filtro para remoção da umidade, se necessário;
- Adicionar 50,0 mL da solução alcoólica de KOH;
- Preparar a amostra do branco, simultaneamente;
- Conectar o condensador e aquecer sob refluxo durante 1 hora;
- Após o resfriamento, adicionar 1,0 mL do indicador e titular com ácido clorídrico 0,5N até o desaparecimento da coloração rosa.

Branco: Transfira, com auxílio de uma bureta, 20 mL de KOH a 0,5N, adapte o balão num refrigerante de refluxo e aqueça à ebulição durante 30 minutos. Resfrie um pouco. Adicione 1,0 mL de fenolftaleína. Titule com HCl 0,5N.

CÁLCULO

Índice de saponificação = $(V-v) \times f \times 28 / P$

(V-v)= diferença entre as duas titulações.

F = fator do HCl 0,5N.

P = número de gramas de amostra

28 = equivalente grama do KOH.

7.2.8.2 ÍNDICE DE PERÓXIDOS

EQUIPAMENTOS

Balança analítica

Placa térmica

Estufa a 60-70°C

MATERIAL

Proveta de 50mL

Erlenmeyer de 250 mL com tampa esmerilhada

Pipeta de 1,0 mL

Bureta e suporte para bureta



Pêra

Funil

REAGENTES

Solução de ácido acético-clorofórmio (3+2)

Solução saturada de iodeto de potássio

Solução de tiosulfato de sódio 0,1N

Solução de amido a 1%

PREPARAÇÃO DE SOLUÇÃO STANDARD DE $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

- Pese rigorosamente 0,20 a 0,23g de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ e coloque em frasco com tampa, dissolvendo em 80 ml de água destilada;

- Adicione 2 g de KI e em seguida agite enquanto adiciona 20 mL de solução de HCl. Tampe o frasco e coloque imediatamente no escuro, por 10 minutos;

- Titule com $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ até obter cor amarelo pálido. Adicione 2mL da solução de amido e continue titulando até a cor azul desaparecer;

- Calcule a normalidade da solução de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ de acordo com a seguinte fórmula:

$$N = \frac{\text{g de } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \times 1000}{\text{mL de Na}_2 \times 49,037}$$

PROCEDIMENTO

- Pesar 5,0g da amostra em erlenmeyer de 250 mL;

- Adicionar 30,0 mL da solução ácido acético-clorofórmio;

- Agitar até completa dissolução da amostra;

- Adicionar 0,5mL de KI;

- Deixar em repouso por 1 minuto e adicionar 30mL de água.

- Titular com uma solução 0,1N de tiosulfato de sódio, agitando constantemente.

Continuar a titulação até que a cor amarela tenha quase desaparecido;

- Adicionar 0,5mL da solução indicadora de amido e continuar a titular até o desaparecimento da coloração azul.



CÁLCULO

Índice de peróxidos, meq/1000g de amostra = $(A-B) \times N \times f \times 1000 / P$

A = mL da solução titulante gasta para a amostra.

B= mL da solução titulante gasta para o branco.

N = normalidade da solução titulante.

P = peso da amostra em gramas.

F= fator de correção da solução de tiosulfato padronizado.

7.2.8.3 ÍNDICE DE IODO

EQUIPAMENTOS

- Balança analítica

MATERIAL

Provetas de 10 e de 100 mL

Frasco Erlenmeyer de 250 mL com rolha esmerilada

Pipetas de 1,0, 20 e 25 mL

Bureta de 25 mL com suporte

Papel de filtro qualitativo

Béquers de 50 ou 100mL

REAGENTES

Solução de Iodeto de Potássio a 15%

Solução de tiosulfato de sódio a 0,1 N

Solução de Amido a 1,0%

Solução de Wijs (Monocloreto de Iodo)

Clorofórmio

PREPARO DAS SOLUÇÕES

- Solução de Iodeto de Potássio a 15%: Pesar 15 g de Iodeto de Potássio e colocar em um balão de 100 ml e completar o volume com água destilada.

- Solução de tiosulfato de sódio a 0,1 N: Pesar 26 g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ e transferir para balão volumétrico de 1000 ml e completar o volume com água destilada.

- Solução de Amido a 1,0%: Pese 1 g de amido solúvel e adicione 50 ml de água destilada em ebulição, mantendo fervura por 2 minutos transfira para balão volumétrico de 100ml e complete o volume com água destilada.

PROCEDIMENTO

- Pesar 0,5g de óleo em erlenmeyer de 250mL com rolha esmerilada;
- Adicionar 15mL de clorofórmio para dissolução da amostra, na capela;
- Acrescentar 25,0mL da solução de Wijs;
- Arrolhar o frasco e agitar, deixar em repouso no escuro durante 30 minutos;
- Acrescentar 20mL da solução de KI;
- Finalmente, acrescentar 100mL de água e titular com solução 0,1N de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, usando amido (1,0mL) como indicador até o desaparecimento da coloração azul;
- Fazer o mesmo procedimento com um branco.

CÁLCULO

$$II = [(A-B) \times f \times 1,27] / P$$

A = volume de tiosulfato gasto na titulação da amostra

B = Volume de tiosulfato gasto na titulação do branco

F= fator da solução do tiosulfato

P = massa (g) da amostra

7.2.9 CONTROLE DE QUALIDADE PARA PRODUTOS CÁRNEOS

7.2.9.1 LUGOL (PARA AMIDO)

PRINCÍPIO

O amido com o iodo forma um composto de adsorção de coloração azul.

MATERIAL



Balança analítica
Placa aquecedora
Béquer de 150mL
Pipetas graduadas de 1 e 20mL
Tubo de ensaio de 25mL.

REAGENTES

Solução de Lugol

PREPARO DAS SOLUÇÕES

- Solução de Lugol:

Composição

- 10 g de Iodo potássico
- 100 ml de Água destilada
- 5 g de Cristais de iodo

Preparo

- Dissolva 10 g de iodo potássico em 100 ml de água destilada.
- Adicione lentamente 5 g de cristais de iodo, agitando simultaneamente.
- Filtre e armazene em uma garrafa parda, bem tampada.

PROCEDIMENTO

- Em béquer de 150mL, colocar cerca de 5g de amostra. Adicionar água (20mL). Aquecer em placa aquecedora até fervura e deixar 5 minutos.
- Filtrar, esfriar e transferir uma alíquota de aproximadamente 20mL do filtrado para tubo de ensaio e adicionar 2 gotas de solução de lugol.

RESULTADO

Positivo: coloração azul.

Obs: O aparecimento de uma coloração violácea ou vermelho parda indica a presença de amido modificado ou dextrinas.



7.2.9.2 PROVA PARA NITRITO

MATERIAL

Tubos de ensaio de 25 mL

Papel de filtro qualitativo

Pipetas graduadas de 1 e 10 mL

REAGENTES

Solução de ácido sulfanílico

Solução de cloridrato de alfa-naftilamina

PREPARO DAS SOLUÇÕES

- Solução de ácido sulfanílico: Pese 0,5 g de ácido sulfanílico e dissolva em 150 mL de solução aquosa de ácido acético (1+4).

- Solução de cloridrato de alfa-naftilamina: Dissolva 0,4 g de cloridrato de alfa-naftilamina em 150 mL de ácido acético (1+4). Se não dissolver bem, aqueça, deixe em repouso e decante ou filtre em algodão.

PROCEDIMENTO

- Faça um macerado da amostra com água e filtre;

- Em um tubo de ensaio, pipete 10 mL do filtrado, adicione 1 mL da solução de ácido sulfanílico e agite;

- Adicione 1 mL de cloridrato de alfa-naftilamina e agite fortemente. Em presença de nitritos, haverá formação de coloração rósea mais ou menos intensa, dependendo da quantidade de nitrito que foi adicionada.

Nota: amostras que possuem nitrito em excesso produzem com o reativo de Griess-Ilosvay uma coloração vermelha fugaz, que passa a amarela-parda como se fosse prova negativa.

7.3 TECNOLOGIA DE ALIMENTOS

7.3.1 CONSERVAÇÃO DE ALIMENTOS PELO FRIO E CALOR

7.3.1.1 CONSERVAÇÃO PELO FRIO

Refrigeração de fruta e congelamento de polpa de fruta

OBJETIVO

Proceder a refrigeração de frutas e branqueamento de polpa de fruta e fazer o congelamento adequadamente a fim de conservá-las

MATERIAL

Balança

Facas

Vasilhas

Escorredor

Peneira

Liquificador

Banho-Maria

Câmaras de Refrigeração e Congelamento

Sacos de polietileno

Etiquetas para rotulagem

MATÉRIA-PRIMA

Goiaba

Banana

PROCEDIMENTO PARA REFRIGERAÇÃO DE BANANAS

- Separar dois grupos de banana e pesar;



- Colocar um grupo na câmara de refrigeração em temperatura inferior a 10°C durante 7 dias;
- Manter o outro grupo de banana em condições ambiente durante 7 dias;
- Após 7 dias observar as alterações (cor, textura, aroma e sabor) nos dois grupos de banana;
- Comparar os resultados.

PROCEDIMENTO PARA O CONGELAMENTO DE POLPA DE GOIABA

- Seleção e pesagem da fruta;
- Lavagem em água clorada;
- Descascar as frutas e pesar as cascas;
- Cortar as frutas em pedaços (8 partes) e pesar;
- Triturar a fruta e peneirar para obter a polpa;
- Pesar a polpa obtida;
- Separar um pouco de polpa para medir o pH e Brix;
- Acondicionar a polpa obtida em sacos plásticos;
- Separar dois alíquotas de polpas para avaliação da conservação em câmara de refrigeração e a temperatura ambiente;
- Congelar as polpas em câmara de congelamento a - 80°C;
- Manter as polpas congeladas até a avaliação na aula de conservas;
- Calcular o rendimento;
- Proceder ao controle de qualidade. Comparar os métodos: congelado.

CONTROLE DE QUALIDADE

- Características organolépticas: Aroma, Cor, Sabor e Textura.
- Comparar os métodos utilizados na conservação das frutas

7.3.1.2 CONSERVAÇÃO PELO CALOR

Pasteurização de suco de fruta



OBJETIVO

Proceder a extração de suco de fruta e aplicar tratamento térmico adequado a fim de conservá-lo

MATERIAL

Balança

Facas

Vasilhas

Escorredor

Peneira

Processador de suco

Garrafas de polietileno

Etiquetas para rotulagem

MATÉRIA-PRIMA

Laranja

PROCEDIMENTO PARA A PRODUÇÃO DE SUCO

- Seleção e pesagem;
- Lavagem em água clorada;
- Cortar e extrair o suco;
- Separar uma alíquota para medir o pH e Brix;
- Acondicionar os sucos em 3 garrafas de polietileno previamente higienizadas:

Grupo 1: Colocar o suco em câmara de refrigeração (temperatura inferior a 10°C).

Grupo 2: Colocar a garrafa com suco no Banho-Maria a 98°C por 30 minutos (com agitação), após esse período, resfriar rapidamente o suco e manter em temperatura ambiente.

Grupo 3: Deixar a garrafa com suco armazenada à temperatura ambiente.

- Calcular o rendimento
- Proceder ao controle de qualidade



CONTROLE DE QUALIDADE

- Comparar os sucos dos três;
- Características organolépticas: Aroma, Cor, Sabor e Textura;
- Medir pH e Brix após 7 dias de armazenamento;
- Manter as amostras nas mesmas condições e reiterar as observações após 30 dias de armazenamento.

7.3.2 PROCESSAMENTO DE QUEIJO MINAS FRESCAL

PRINCÍPIO

Produção de queijo por coagulação enzimática de massa frescal tipo Minas

MATERIAL

Termômetro (0 a 100°C)

Vasilha plástica e panela (5 l) para coagular o leite

Concha

Escorredor

Faca

Forma para queijo

Coalho líquido

Leite pasteurizado

Sal

PROCEDIMENTO

- Higienizar 3 embalagens de 1 litro de leite pasteurizado;
- Colocar os 3 litros de leite numa panela e aquecê-los até 35°C;
- Acrescentar 2 ml de coalho por litro de leite, agitar e manter em repouso por um período de \pm 50 minutos em temperatura de 32 a 35°C;
- Fazer o teste do coalho com uma faca retirando uma fatia do coalho que deve estar firme como gelatina e perceber a cor do soro que deve ser esverdeado, caso o coalho não esteja firme, esperar mais 10 minutos;



- Proceder ao corte da coalhada em cubos de 2 cm e deixá-la em repouso por 5 minutos
- Agitar a massa lentamente por 20 minutos;
- Deixar a massa em repouso por 10 minutos;
- Dessorar a massa com uma concha;
- Enformar, colocando a massa em camadas nas formas com leve pressão;
- Adicionar 2% de sal sobre a superfície do queijo;
- Prensar o queijo com um peso de 1 kg deixando em repouso por 50 min;
- Após este período virar os queijos e colocar sal sobre a outra superfície do queijo, permanecendo na forma por 24-48 h na geladeira;
- Retirar os queijos das formas, pesá-los e anotar o peso, embalá-los em sacos plásticos e conservá-los dias na geladeira até a próxima aula prática;
- Proceder ao controle de qualidade analisando as características organolépticas (comparar com o industrializado).

CÁLCULO DO RENDIMENTO DO PROCESSO

Cálculo: $RP = (PQ/PI) \times 100$

RP = rendimento do processo

PQ = peso do queijo

PI = peso dos ingredientes

ANÁLISE ORGANOLÉPTICA

Analisar os seguintes itens:

- Estufamento da embalagem
- Coágulo firme e consistente
- Olhadura interna
- Limo superficial
- Cor, sabor e odor próprio

Dê sua preferência e atribua notas de 1 a 10 para as características de cor, textura, sabor e aroma para o queijo preparado no laboratório e para o queijo industrializado.



7.3.3 FABRICAÇÃO DE PRESUNTO COZIDO

MATERIAL

Balança

Facas

Vasilhas

Forma de presunto

Injetor

Estufa

Sacos de polietileno

Etiquetas para rotulagem

INGREDIENTES

Pernil suíno desossado

Salmoura de injeção:

Água – 90mL/Kg carne;

Sal – 8g/Kg carne

Açúcar – 3g/Kg carne

Condimento preparado para presunto – 10g/Kg carne

Nitrato e Nitrito – 8g/kg carne

Salmoura de cobertura:

Sal – 200g/Kg carne

Água – 1L/ Kg carne

PROCEDIMENTOS

- Limpar o pernil, retirando excesso de gordura, glândulas e nervos e pesar;
- Injetar a salmoura na proporção de 10% do peso da carne, em sentido contrário ao da fibra da carne;
- Massagear a carne e colocar em uma vasilha com salmoura de cobertura (1L água e 200g de sal para cada Kg de carne) e deixar por 48h a 3-5°C para obter a cura (será elaborada uma amostra na véspera);



- Lavar o pernil para retirar o excesso de salmoura;
- Colocar na forma de presunto e levar à estufa de cozimento;
- Quando a temperatura interna alcançar 72°C, deixar cozinhando por 1h / Kg de carne;
- Pressar novamente a forma (1 ou 2 dentes) e levar à refrigeração por 24h;
- Calcular o rendimento;
- Comparar as características do presunto feito no dia anterior (sofreu cura) com o elaborado na aula prática.

7.3.4 BRANQUEAMENTO DE VEGETAIS

OBJETIVOS

Determinar o tempo de tratamento térmico para garantir a inativação enzimática, visando a utilização dos vegetais para congelamento.

REAGENTES

Solução de guaiacol a 1%
Água destilada
Água oxigenada 10 volumes

MATERIAL

Balança
Potenciômetro
Fogão
Autoclave
Facas
Panelas
Escorredor
Pipetas de 1 e 5 ml
Tubos de ensaio
Beckers



Termômetros até 100°C

Sacos plásticos

Etiquetas para rotulagem

MATÉRIA-PRIMA

Batata

Cenoura

Vagem

Ácido cítrico

Sal

PROCEDIMENTO

- Seleção e pesagem;
- Lavagem;
- Preparar o sistema para o branqueamento: água quente a 96°C;
- Cortar os vegetais em cubos pequenos;
- Imergir os vegetais na água quente retirando amostras de 30 em 30 segundos para submetê-las ao teste de atividade enzimática;
- Proceder ao teste de guaiacol para verificar a atividade enzimática da peroxidase;
- Anotar os resultados na tabela;
- Determinar o tempo de branqueamento para cada vegetal;
- Proceder ao branqueamento de cada vegetal no tempo determinado e resfriá-los logo após o tratamento térmico;
- Utilizar os vegetais para congelamento.

TESTE DE GUAIIACOL

- Em tubo de ensaio colocar:

5 ml de água destilada

1 ml de água oxigenada (10°)

1 ml de solução de guaiacol 1%



- Homogeneizar, adicionar um cubo do vegetal e após 20 segundos observar se houve escurecimento.

Completar a tabela com:

(+) para amostra que escureceu, atividade da enzima peroxidase

(-) para amostra que não escureceu, peroxidase inativada pelo calor

DADOS

Tabela – Branqueamento a 96°C e atividade enzimática

Tempo de tratamento térmico (min)							
Amostra	0	0,5	1	2	2,5	3	4
Cenoura							
Batata							
Vagem							

Determinar pelos resultados o melhor tempo de tratamento térmico para cada vegetal. Proceder ao branqueamento dos vegetais para posterior congelamento.

7.3.5 PRODUÇÃO DE CONSERVA

MATERIAL

Balança

Potenciômetro

Fogão

Autoclave

Facas

Panelas



Escorredor

Beckers

Termômetros até 100°C

Vidros com tampa

Etiquetas para rotulagem

MATÉRIA-PRIMA

Batata

Cenoura

Vagem

Ácido cítrico/láctico

Sal

Açúcar

PROCEDIMENTO

- Seleção e pesagem;
- Lavagem em água clorada;
- Preparar o sistema para o branqueamento a ser realizado, água quente a 96°C;
- Cortar os vegetais em cubos pequenos;
- Proceder ao branqueamento do vegetal na temperatura e tempo adequado;
- Acondicionar o vegetal em vidro (previamente limpo e esterilizado);
- Preparar o líquido de cobertura (salmoura) com água, 2 % de sal, 0,3 % de ácido cítrico e 4% açúcar;
 - Medir o pH da salmoura e anotar (deve ser menor que 4,5);
 - Adicionar o líquido de cobertura no vidro até 3mm da borda;
 - Para proceder a exaustão, colocar os vidros em água quente (banho-maria 100°C) e quando a temperatura no interior dos vidros chegar a 85°C, fechá-los imediatamente;
 - Levantar os vidros para tratamento térmico (30 minutos em água fervente cobrindo os vidros);
 - Resfriá-los e armazená-los a temperatura ambiente;



- Separar 3 amostras e armazená-las em 37°C;
- Depois de 7 dias fazer o controle de qualidade.

ANTES DE ACONDICIONAR OS VEGETAIS NOS VIDROS

Separar 50 ml de salmoura para medir o pH

pH da salmoura

Peso dos vidros vazios sem tampa

Peso dos vidros vazios com tampa

Peso dos vidros cheios com vegetais

Peso dos vidros cheios com vegetais + salmoura

Peso bruto

Peso líquido drenado

APÓS 7 DIAS DE ARMAZENAMENTO PROCEDER O CONTROLE DE QUALIDADE DA CONSERVA

ANÁLISE EXTERNA

Vazamento

Estufamento

Corrosão tampa

ANÁLISE INTERNA

Vácuo

pH da salmoura

Aspecto da salmoura

Aspecto do vegetal

Aroma, cor e sabor

7.3.6 PRODUÇÃO DE GELEIA

MATERIAL

Balança



Potenciômetro

Fogão

Panelas

Escorredor

Termômetro

Etiquetas para rotulagem

MATÉRIA PRIMA

Polpa de goiaba

Ácido cítrico

Açúcar

PROCEDIMENTO

- Pesar a polpa de goiaba descongelada;
- Medir o brix da polpa;
- Adicionar açúcar na proporção de ¼(pp);
- Adicionar 1% de solução de ácido cítrico a 20%;
- Misturar;
- Medir o pH da preparação e anotar (<3);
- Levar ao fogão e deixar a fogo baixo durante 20 a 30 minutos. Mexer até aparecer o fundo da panela;
- Medir o brix final;
- Colocar a geléia nas embalagens de vidro (higienizadas com solução clorada);
- Tampar o vidro e virar, deixar 10 minutos invertidos;
- Resfriar a geléia em câmara fria;
- Armazenar a temperatura ambiente;
- Separar 1 amostra e armazenar a 37°C;
- Depois de 7 dias fazer o controle de qualidade;



8. COLETAS, ACONDICIONAMENTO E RECOLHIMENTO DOS RESÍDUOS

Todos os resíduos gerados no laboratório são segregados e devidamente acondicionados, conforme legislação vigente e da seguinte maneira:

- Resíduos infectantes - Material contaminado com fungos / leveduras e outros resíduos provenientes de vegetais não submetidos a processos de experimentação com inoculação de microrganismos são dispostos em sacos brancos leitosos identificados. Os sacos são recolhidos e encaminhados para o Abrigo de Resíduos Infectantes (próximo ao bloco S);
- Resíduos perfurocortantes – São dispostos em coletores adequados de material resistente. Quando atingem 2/3 de sua capacidade são acondicionados em saco branco leitoso, identificados e encaminhados ao abrigo de Resíduos Infectantes (próximo ao bloco S);
- Resíduos químicos no estado líquido – são acondicionados de acordo com a compatibilidade química e em embalagens de material compatível com o líquido armazenado. Posteriormente são encaminhados ao Abrigo de Resíduos Químicos da Instituição;
- Demais resíduos – Lixeira comum (ao final do expediente segregados conforme classificação de recicláveis);
- Os resíduos são recolhidos diariamente pela equipe de higienização e transportados para o armazenamento externo (abrigos). O recolhimento se dá em horário pré-estabelecido e, quando necessário, imediatamente após a sua geração.

9. CONDUTAS A SEREM ADOTADAS EM CASOS DE ACIDENTES

É fundamental informar a Brigada de Incêndio, ao Serviço Especializado de Segurança e Medicina do Trabalho (SESMT), a Coordenação do EAP's e aos Responsáveis pelo laboratório a ocorrência de qualquer acidente no laboratório.

Em caso de acidente com substâncias químicas, deve-se imediatamente lavar a área atingida com água corrente por no mínimo quinze minutos. Se ocorrer derramamento de produto químico no corpo ou na roupa deve-se colocar a vítima debaixo do chuveiro de segurança (EPC) e ligá-lo deixando a água fluir por no mínimo 15 minutos. Caso a substância química tenha atingido os olhos deve-se utilizar o lava-olhos, ligando o esguicho de água diretamente no olho atingido e mantendo as pálpebras abertas, para que o fluxo de água lave os olhos.

Em caso de acidente com equipamentos, retirar a vítima do local e acionar a equipe de emergência médica.

Em caso de acidente com vidraria ou perfuro-cortantes, deve-se lavar o local atingido e chamar imediatamente a emergência médica. Choques elétricos: interromper a descarga, com desligamento da chave imediato.

Entrar em contato com o SESMT e /ou a enfermaria mais próxima.

10. CONTATOS DE EMERGÊNCIA

- Brigada de Incêndio – 3356-9439
- Serviço Especializado de Segurança e Medicina do Trabalho (SESMT) – 3356-9100 / 3356-9287
- Coordenação dos EAPs – 3356-9050 / 3356-9749
- Bombeiro/Defesa Civil - 193/199
- Laboratório de Ciência e Tecnologia dos Alimentos – 3356-9334

11. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

HARRIS, D.C. **Analises química quantitativa**. 5^a. ed. :Livros Técnicos e Científicos Editora S.A., Rio de Janeiro, RJ. 2001.

ARAÚJO, J.M.A. **Química de alimentos. Teoria e Prática**. 2^a. ed. :Imprensa Universitária da Universidade de Viçosa. Viçosa - MG. 2002.

ZENEBON, O; PASCUET, N. S (Coord). **Métodos físico-químicos para análises de alimentos**. 4 ed. Câmara Brasileira do livro, São Paulo - S.P. 2004.

SKOOG, D. A. **Analytical Chemistry**, 7th ed. :Saunders College Publishing, 2000.

BELLATO, C. R. [et al.] **Laboratório de Química Analítica** – Cadernos Didáticos. Ed. UFV, Viçosa – MG, 2000.

BRASIL. Ministério da Agricultura. Portaria nº 76 de 26 de novembro de 1986. Dispõe sobre os **métodos analíticos de bebidas e vinagre**. Diários Oficiais da República Federativa do Brasil, Brasília, 28 nov. 1986. Seção 1, pt. 2.

BRASIL. Ministério da Agricultura. Secretaria Nacional de Defesa Agropecuária. Laboratório Nacional de Referência Animal. **Métodos analíticos oficiais para controle de produtos de origem animal e seus ingredientes: Métodos físicos e químicos. Brasília. 2000.**

SIRI MSDS Index. Disponível em <http://www.hazard.com/msds/>. Acesso em 28/05/2007.

CHEMFINDER FREE CHEMICAL SEARCHING. Disponível em: <http://www.chemfinder.com/>. Acesso em 28/05/2007.

ZENEBON, O; PASCUET, N S. **Métodos Físico-Químicos para Análise de Alimentos**. Instituto Adolfo Lutz. 4 ed. São Paulo, 2004. 1032 p.