

DETERMINAÇÃO DE NITROGÊNIO EM CARNES
E PRODUTOS AFINS —
PARTE I: PROCEDIMENTO QUE DIMINUI A FORMAÇÃO
DE ESPUMA DURANTE A DIGESTÃO SULFÚRICA

Júlio Cesar ROCHA*
Celso Augusto Fessel GRANER*
Romeu MAGNANI**
Massao IONASHIRO*
Clóvis Augusto RIBEIRO*

RESUMO: A digestão para determinação de nitrogênio em amostras de carne pode ser realizada, sem prejudicar os resultados finais, colocando-se a amostra em contato com a mistura digestora e imediato aquecimento com o bloco digestor pré-aquecido a 360°C. Este procedimento diminui a formação de espuma e, conseqüentemente, a projeção de material para fora do tubo de digestão. Os resultados obtidos, digerindo-se amostras de charque (cerca de 0,50g) através de quatro procedimentos diferentes, foram comparados estatisticamente e a análise da variância não apresentou diferenças significativas no nível de 5% de significância.

UNITERMOS: Digestão; nitrogênio; proteína; Kjeldahl; carne; espuma.

INTRODUÇÃO

O método mais frequentemente utilizado para a determinação de nitrogênio (ou de proteína total) em matriz biológica envolve o procedimento de digestão, no qual a amostra é aquecida com ácido sulfúrico concentrado, sulfato alcalino e catalisador, para converter o nitrogênio em amônio.

* Departamento de Química Analítica — Instituto de Química-UNESP — 14800 — Araquara-SP.

** Departamento de Físico-Química — Instituto de Química-UNESP — 14800 — Araquara-SP

Um dos fatores que contribuem para retardar o processo da digestão é a grande quantidade de espuma que se forma no início do aquecimento, exigindo muita cautela do analista para evitar perda de amostra. Para minimizar este problema, o método padrão de AOAC¹ recomenda adição de parafina. De acordo com CONCON & SOLTESS², a alta razão sal/ácido contribui para aumentar a quantidade de espuma. Alguns autores^{3,7}, concordam que para diminuir a quantidade de espuma e a probabilidade de perda do material de interesse analítico, o processo de aquecimento deve ser lento. Laboratórios que trabalham em rotina com grandes demandas, fazem um ataque prévio, deixando a amostra em contato com ácido sulfúrico concentrado, sulfato e catalisador durante uma noite e, em seguida, iniciam um aquecimento lento até cerca de 360-380°C.

Neste trabalho nós estudamos a influência de quatro diferentes procedimentos de digestão na recuperação de nitrogênio total em amostras de carne, comparando os resultados obtidos.

MATERIAIS E MÉTODOS

Amostra de charque: picar, misturar e moer (seis vezes) em moedor caseiro marca Eberle de facas e furos com cerca de 5mm de diâmetro. A digestão foi realizada em bloco digestor de alumínio marca Sarge-TE 015/615 e a destilação da amônia, em um destilador duplo marca Sarge-TE 014.

Solução de ácido sulfúrico 0,05 mol.l⁻¹: preparar através de diluição de ácido sulfúrico concentrado.

Solução "estoque" de hidróxido de sódio 12,5 mol.l⁻¹: dissolver 500g de hidróxido de sódio em cerca de 800ml de água, resfriar, diluir a 1000ml e estocar em frasco plástico.

Solução de hidróxido de sódio 0,1 mol.l⁻¹: preparar através de diluição da solução "estoque", padronizar e armazenar em frasco plástico.

Solução de hidróxido de sódio 16 mol.l⁻¹/tiosulfato de sódio 0,32 mol.l⁻¹: dissolver 80g de tiosulfato de sódio pentahidratado e 650g de hidróxido de sódio em cerca de 800ml de água, esfriar, diluir a 1000ml e estocar em frasco plástico.

Solução de indicadores: dissolver 0,075g de verde de bromocresol e 0,050g de vermelho de metila em 1000ml de etanol.

Mistura digestora: triturar 150g de sulfato de potássio e 7g de óxido de mercúrio(II) até pó fino perfeitamente misturado.

Digestão: transferir cerca de 0,5g de amostra, embrulhada em papel de filtro quantitativo, para o tubo digestor e proceder como segue:

1) contato da amostra com o sistema digestor (10ml de ácido sulfúrico concentrado/4g da mistura digestora) por 15 horas à temperatura ambiente e.

a) digestão do material com aquecimento gradativo até 360°C, ou b) digestão do material com aquecimento brusco (bloco digestor pré-aquecido) a 360°C.

2) contato da amostra com o sistema digestor e imediato aquecimento do material, nas condições a e b já descritas, por cerca de duas horas.

Determinação de Nitrogênio: a) após a digestão, destilar a amônia liberada pela alcalinização do digerido com solução de hidróxido de sódio/tiosulfato e coletar o destilado em excesso de ácido sulfúrico 0,05 mol.l⁻¹. Titular o excesso de ácido sulfúrico com solução padronizada de hidróxido de sódio 0,1 mol.l⁻¹, em presença da mistura de indicadores. O teor de nitrogênio é obtido através da expressão:

$$\% N = 1,401 (V_b - V_a) M/m$$

na qual V_b e V_a são os volumes em ml da solução de hidróxido de sódio consumidos nas titulações da prova em branco e da amostra, respectivamente; M é a molaridade da solução e m é a massa em gramas da amostra.

DISCUSSÃO E CONCLUSÃO

Durante a digestão houve grande formação de espuma e, conseqüentemente, dificuldade para evitar perda de amostras nos procedimentos 1, 2 e 3 sendo que em 1 e 2 estes fatos foram mais pronunciados (ver tabela 1). Por outro lado, no procedimento 4 a formação de espuma é menor que nos outros, com pequena probabilidade de projeção de parte da amostra para fora do tubo de digestão.

TABELA 1 — Resultados da determinação de nitrogênio em amostras de charque (\approx 0,5g) usando-se diferentes procedimentos para a digestão. Tempo médio de digestão: 2 horas.

(*) 1	nitrogênio (%)/procedimento		
	2	3	4
3,56	3,63	3,51	3,63
3,55	3,48	3,54	3,57
3,55	3,52	3,57	3,52
3,54	3,54	3,61	3,60
3,54	3,54	3,49	3,60

(*) 1 e 2: contato da amostra com a mistura digestora por 15 horas à temperatura ambiente — 1) digestão com aquecimento lento até 360°C; 2) digestão com o bloco digestor pré-aquecido a 360°C.

3 e 4: contato da amostra com a mistura digestora — 3) digestão com aquecimento lento até 360°C; 4) digestão com bloco digestor pré-aquecido a 360°C.

Os dados listados na Tabela 1 referem-se a determinações de nitrogênio total e, estes geraram as seguintes médias com seus respectivos intervalos de confiança ($\alpha = 0,05$): $3,55 \pm 0,01$; $3,54 \pm 0,07$; $3,54 \pm 0,06$ e $3,58 \pm 0,05$, para os procedimentos 1, 2, 3 e 4, respectivamente. Embora exista a possibilidade de perda de nitrogênio quando a amostra é submetida a condições drásticas, semelhante ao procedimento 4, o tratamento estatístico dos dados da Tabela 1 mostrou que, em amostras de carnes, esta perda não é significativa ao nível de 5%.

Assim a digestão pode ser feita do seguinte modo: colocar a amostra em contato com a mistura digestora (ácido sulfúrico concentrado/sulfato/catalisador) e imediato aquecimento no bloco digestor pré-aquecido a 360°C . Com este procedimento há uma menor formação de espuma e a conseqüente não necessidade da presença do analista preso à vigilância do processo de digestão para evitar perda de amostra, como acontece nos procedimentos 1, 2 e 3.

AGRADECIMENTOS: Os autores agradecem o auxílio financeiro recebido da Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo — FAPESP (Proc. n.º 84/0553-0).

ROCHA, J.C. *et alii* — Nitrogen determination in meat and meat products — Part I: Procedure which reduces the formation of froth during the sulphuric digestion. *Ecl. Quím.*, São Paulo, **11/12:73-77**, 1986/87.

ABSTRACT: The Kjeldahl digestion for nitrogen determination in meat samples can be accomplished, without significant difference in the final results, if the sample is put in contact with the digestive mixture and immediately heated with 360°C preheated digester block. This procedure reduces the formation of froth and, consequently, the probability of material loss due to projection out of the digestion tube. The results obtained for the digestion of jerked beef samples (approximately 0.5g) from four different procedures were compared statistically and the variance analysis did not show a significant difference on a 5% level of significance.

KEY-WORDS: Digestion; nitrogen; protein; Kjeldahl; meat; froth.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- HORWITZ, W. (Ed.) — *Official methods of analysis of the Association of official Analytical Chemists*. 13rd ed. Washington, AOAC, 1980, p. 14-5.
- CONCON, J.M. & SOLTESS, D. — *Anal. Biochem.*, **53**, 35 (1973).
- MCDONALD, M.S. — *Lab. Pract.*, **28**, 927 (1979).
- CROLL, B.T.; TOMLINSON, T. & WHITFIELD, C.R.W. — *Analyst*, **110**, 861 (1985).

Ecl. Quím., São Paulo, **11/12:73-77**, 1986/87.

- NELSON, D.W. & SOMMERS, L.E. — *J. Environ. Quality.*, **1**, 423 (1972).
- BATEY, T.; CRESSER, M.S. & WILLET, I.R. — *Anal. Chim. Acta*, **69**, 484 (1974).
- GORSUCH, T.T. — In: BELCHER, R. & FRIESSER, H. (Ed) — *International series of monographs in analytical chemistry*. V. 39, 1st ed., Pergamon Press, Oxford, 1970, p. 152.

Recebido para publicação em 30.08.87.