

DETERMINAÇÃO DE NITROGÊNIO EM CARNES
E PRODUTOS AFINS —
PARTE II: PRECISÃO E EXATIDÃO DA ANÁLISE COMO
FUNÇÃO DA HOMOGENEIZAÇÃO, TAMANHO DA
AMOSTRA E DO NÚMERO DE REPETIÇÕES

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

RESUMO: Este trabalho apresenta dados experimentais que submetidos ao tratamento estatístico permitem afirmar que, na determinação de nitrogênio total ou de proteína bruta em processos de controle de qualidade de carnes e produtos afins, uma única moagem da amostra garante homogeneização suficiente para que uma massa tão pequena quanto 0,25g da mesma forneça resultados adequadamente exatos e precisos, ao nível de 95% de confiança, com somente duas determinações.

UNITERMOS: Nitrogênio; carne; Kjeldahl; precisão; amostragem; proteína.

INTRODUÇÃO

A representatividade e a homogeneidade de uma amostra são fatores limitantes para a confiabilidade dos resultados analíticos principalmente quando se trata de produtos de origem animal, pois neste caso, sempre existe uma grande variação dos teores dos constituintes deste produto, mesmo que ele seja oriundo de um mesmo órgão^{1, 2}.

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

** Departamento de Físico-Química — Instituto de Química-UNESP — 14800 — Araraquara-SP.

Recentemente, alguns métodos têm sido propostos para a determinação de elementos em matrizes biológicas. Estes métodos envolvem redução do custo da análise, principalmente através de automatização e, conseqüentemente, utilização de pequenas quantidades de amostra e reagentes. Nestes casos, os resultados das determinações se tornam mais dependentes ainda do tratamento inicial a que a amostra foi submetida.

Para amostras de carne, HORWITZ^{3a} recomenda o uso de 2g de amostra moída 3 vezes ou 10g quando se utiliza o digestor helix^{3b}. Outros autores^{4, 5} propõem 2g de amostra moída 2 vezes. A influência da utilização de diferentes moedores nos resultados finais também foi estudada⁶. Neste trabalho, os autores investigaram a exatidão e a precisão da análise como função da homogeneização (através do n.º de moagens), tamanho da amostra tomada para análise e número mínimo de repetições necessárias para obtenção de resultados confiáveis.

MATERIAIS E MÉTODOS

Amostras: Selecionar três diferentes tipos de amostras com diferentes homogeneidades (charque, salsicha e ração canina). Picar (quando necessário), misturar e moer 1 a 4 vezes em moedor caseiro.

Reagentes: descritos no trabalho anterior (PARTE I)⁷.

Digestão: Colocar a amostra em contato com o sistema digestor (mistura digestora/ácido sulfúrico concentrado/catalisador) e imediato aquecimento no bloco digestor pré-aquecido a 360°C.

Determinação de nitrogênio: descrito no trabalho anterior (PARTE I)⁷.

A Tabela 1 resume as quantidades de amostras e reagentes utilizadas neste trabalho que, realizado com cinco repetições e consideradas as variações para as quatro diferentes moagens e para quatro tamanhos de massa nos três tipos de amostra, implicou em pelo menos duzentos e quarenta determinações, executadas as provas em branco.

DISCUSSÃO E CONCLUSÃO

Os resultados do tratamento estatístico (ao nível de 5% de significância) permitem as seguintes considerações/conclusões:

a) para qualquer das amostras estudadas, não há diferença significativa entre as respectivas médias de tratamentos, causadas pelas variações estudadas (homogeneização ou número de moagens e tamanho da amostra), ou por interações entre as mesmas. Tal fato permite chegar a médias globais de cada uma das amostras, considerando os oitenta dados disponíveis, e constantes da Tabela 2.

b) considerando como mais exatos aqueles resultados provenientes de análises em condições preconizadas pela Associação dos Químicos Analíticos Oficiais

TABELA 1 — Quantidades de amostras e reagentes envolvidas nas determinações de nitrogênio no experimento variando número de moagens (quatro), tamanho da amostra (0,25g a 2g). Temperatura do bloco digestor = 360°C e tempo médio de digestão = 2 horas.

Reagentes	Quant. de reagentes/tam. da amostra			
	0,25g	0,5g	1g	2g
H ₂ SO ₄ concentrado (ml)	5	10	20	40
K ₂ SO ₄ (g)	1,88	3,75	7,50	15,00
HgO (g)	0,09	0,18	0,35	0,70
NaOH/Na ₂ S ₂ O ₃ (ml) (**)	15	30	55	110
H ₂ SO ₄ 0,05 mol.l ⁻¹ (ml)	5 a 7,5	10 a 15	20 a 30	40 a 60
NaOH 0,1 mol.l ⁻¹ (ΔV ml. aprox.)	1	2,5	5	10

(*) Hidróxido de sódio 16 mol.l⁻¹/tiosulfato de sódio 0,32 mol.l⁻¹.

(AOAC)^{3a}, quais sejam, amostras moídas três vezes e massa utilizada de 2g, a não diferença entre as médias dos tratamentos evidencia também que não ocorre perda de exatidão nos resultados oriundos da análise das amostras menos homogeneizadas (menos moídas) e com menor massa. c) desvios padrões obtidos através de um número tão grande quanto os oitenta dados disponíveis, podem ser considerados como os valores reais dessa grandeza. Tais desvios, de 1,89.10⁻¹ para charque, 7,64.10⁻² para salsicha tipo "frankfurt" e 2,47.10⁻² para ração canina, permitem chegar a intervalos de confiança para as médias globais, como se as mesmas proviessem de quaisquer números de eventuais determinações repetidas de uma mesma amostra, conforme os dados da Tabela 2.

TABELA 2 — Médias de oitenta determinações do teor percentual de nitrogênio nas amostras utilizadas e respectivos intervalos de confiança ao nível de 5%, considerando diferentes números de repetições.

Amostra	% de N (n=80)	Intervalos de confiança/n repetições				
		80	5	4	3	2
Charque	3,59	± 0,04	± 0,17	± 0,19	± 0,22	± 0,27
Salsicha	1,94	± 0,02	± 0,07	± 0,08	± 0,09	± 0,11
Ração	3,23	± 0,01	± 0,02	± 0,02	± 0,03	± 0,03

AGRADECIMENTOS: Os autores agradecem o auxílio financeiro recebido da Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo — FAPESP (Proc. n.º 84/0563-0).

ROCHA, J.C. *et alii* — Nitrogen determination in meat and meat products — Part II: Precision and accuracy of the analysis as a function of homogenization, sample size and repetition frequency. *Ecl. Quím.*, São Paulo, **11/12**:79-82, 1986/87.

ABSTRACT: *This work presents experimental data that allow us to assert that, statistically, in the determination of total nitrogen or of crude protein in the processes of quality control of meat and meat products, only one grinding of the sample guarantees enough homogenization. So a mass as light as 0,25g gives the same accurate results at 95% reliability level, with only two determinations.*

KEY-WORDS: Nitrogen; meat; precision; sampling; protein.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. JOSLYN, A.M. — *In: Methods in food analysis, food science and technology*, 2nd ed. Academic Press, New York, 1970, p. 23-48.
2. HUDNIK, V. — *Anal. Chim. Acta*, **157**, 183 (1984).
3. HORWITZ, W. (ed.) — *Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists*, 13th ed., Washington, AOAC, 1980, p. 14-5(a), 376-80(b).
4. HANSON, N.W. (comp. ed.) — *Official, standardised and recommended methods of analysis*, 2nd ed., Society for Analytical Chemistry, London, 1973, p. 156.
5. UNITED STATES DEPARTMENT OF AGRICULTURE — *Chemistry laboratory guide-book*, USDA, Washington, 1971, p. 31.
6. PETTINATI, J.D.; ACKERMAN, S.A.; JENKINS, R.K.; HAPPICH, M.L. & PHILLIPS, J.G. — *J. Ass. off analyt. chem.*, Washington, **66**, 759 (1983).
7. ROCHA, J.C.; GRANER, C.A.F.; MAGNANI, R.; IONASHIRO, M. & RIBEIRO, C.A. — *Ecl. Quím.*, São Paulo, **11/12**, 73 (1986/87).

Recebido para publicação em 30.08.87.