

**PROCEDIMENTOS OPERACIONAIS
PADRONIZADOS DE BROMATOLOGIA
DE ALIMENTOS**



Organizadoras da obra:
Maria Manuela Camino Feltes
Andréia Dalla Rosa
Giniani Carla Dors
Luana Gonçalves
Samantha Lemke Gonzalez

PROCEDIMENTOS OPERACIONAIS PADRONIZADOS DE BROMATOLOGIA DE ALIMENTOS

1ª Edição

Blumenau
Instituto Federal Catarinense
2016



Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Catarinense

Reitora

Sônia Regina de Souza Fernandes

Pró-Reitor de Administração e Planejamento – PROAD

Delides Lorensetti

Pró-Reitor de Desenvolvimento Institucional – PRODIN

Robert Lenocho

Pró-Reitoria de Ensino - PROEN

Josefa Surek de Souza

Pró-Reitor de Pesquisa, Pós-Graduação e Inovação – PROPI

Cladecir Alberto Schenkel

Pró-Reitor de Extensão – PROEX

Fernando José Garbuio

Instituto Federal Catarinense – IFC

Campus Concórdia

Faculdade de Engenharia de Alimentos

Laboratório de Bromatologia

Título da obra: PROCEDIMENTOS OPERACIONAIS PADRONIZADOS DE BROMATOLOGIA DE ALIMENTOS

Coordenação editorial

Fernando José Garbuio

Kátia Linhaus de Oliveira

Revisão do texto

Antonio Luiz Gubert e Camila Maria Corrêa Rocha

Capa

Ted William Lino

Projeto gráfico e diagramação

Sonia Trois

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)

PROCEDIMENTOS operacionais padronizados de bromatologia de alimentos
/ Maria Manuela Camino Feltes ... [et al.]. – Blumenau : Instituto Federal
Catarinense, 2016.
172 p.

ISBN: 978-85-5644-006-8

1. Alimentos. 2. Nutrição. 3. Laboratórios. I. Feltes, Maria Manuela Camino.

CDD-664

Ficha Catalográfica elaborada pela Bibliotecária: Eliane Rodrigues Mota Orelo - CRB 14/1213

Impresso no Brasil – Todos os direitos desta obra estão reservados aos autores.

Tiragem: 300 exemplares

Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia Catarinense

Rua das Missões, 100 – Ponta Aguda

Blumenau/SC – CEP: 89.051-000

Fone: (47) 3331-7800

Livro publicado com apoio do Edital 111/2016.

Organizadoras da obra:

Maria Manuela Camino Feltes
Andréia Dalla Rosa
Giniani Carla Dors
Luana Gonçalves
Samantha Lemke Gonzalez

Autores:

Andréia Dalla Rosa, Doutoranda, Técnica de laboratório (IFC)
Giniani Carla Dors, Doutora, Professora (UFPEL)
Maria Manuela Camino Feltes, Doutora, Professora (UFSC)
Samantha Lemke Gonzalez, Doutora, Professora (IFC)
Camila Bonissoni, Engenheira de Alimentos (IFC)
Luana Gonçalves, Engenheira de Alimentos (IFC)
Cátia Lohmann Erig, Graduanda em Engenharia de Alimentos (IFC)
e Técnica Laboratório Brasil Foods (BRF)
Fernanda Frozza, Técnica em Alimentos (IFC); Graduanda em
Biomedicina (UFCSPA)
Janaina Schuh, Técnica em Alimentos (IFC); Graduanda em
Engenharia de Alimentos (IFC)
Lucas Lopes, Técnico em Alimentos (IFC); Graduando em
Engenharia Mecatrônica (UFSC)
Nathaly Carpinelli, Técnica em Alimentos (IFC); Graduanda em
Zootecnia (UFPEL)
Tainara Vizzotto, Técnica em Alimentos (IFC); Graduanda em
Ciências Contábeis Universidade do Contestado (UNC)

Revisão:

Antonio Luiz Gubert
Camila Maria Corrêa Rocha



AGRADECIMENTOS

Desejamos agradecer:

Ao Instituto Federal Catarinense (IFC), pelo apoio para a publicação deste livro.

Ao Instituto Federal Catarinense (IFC), ao Instituto Federal Catarinense *Campus* Concórdia, e ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq), pelo financiamento das bolsas e dos projetos relacionados a esta publicação.

À comunidade do IFC *Campus* Concórdia: direção, professores, técnicos e alunos, pelo apoio e pelas colaborações.

Aos nossos familiares, pelo amor, apoio e compreensão nos momentos de ausência.

A Deus, por sempre iluminar o nosso caminho.

Os autores.



SUMÁRIO

AGRADECIMENTOS	9
1. INTRODUÇÃO	17
Referências	19
2. CONDUTA ADEQUADA E ROTINA DE TRABALHO NO LABORATÓRIO	21
REFERÊNCIAS	22
2.1 POP VIDRARIA, UTENSÍLIOS E EQUIPAMENTOS DO LABORATÓRIO DE BROMATOLOGIA	25
PARTE I	25
Sumário	25
Balão volumétrico	25
Bureta	26
Picnômetro	27
Pipetas	27
Provetas	28
2.1 POP VIDRARIA, UTENSÍLIOS E EQUIPAMENTOS DO LABORATÓRIO DE BROMATOLOGIA	31
PARTE II	31
Sumário	31
Balão de fundo chato	31
Balão de fundo redondo	32
Balão para destilação	33
Béquer	34
Erlenmeyer	34
Frasco Kitassato	35
Frasco para reativos	36
Funil analítico	37
Funil de Büchner	39
Funil de separação	39
Tubos de ensaio	40
2.1 POP VIDRARIA, UTENSÍLIOS E EQUIPAMENTOS DO LABORATÓRIO DE BROMATOLOGIA	43
PARTE III	43
Sumário	43
Agitador mecânico	44
Almofariz ou gral com pistilo	45
Anel metálico	45
Balança	45
Banho-maria	46
Banho de ultrassom	47
Bastão de vidro	47
Bico de Bünsen	47
Bomba de vácuo	48
Cadinhos	49
Capela	49
Cápsula de porcelana	50
Centrífuga	50
Chapa de aquecimento e agitação	51
Condensador	52
Cristalizadores	52

Dessecador	53
Destilador de proteínas Kjeldahl	54
Digestor de fibras	55
Digestor de proteínas	55
Ebuliômetro	56
Escova	56
Espátula	56
Estufa	57
Evaporador rotativo a vácuo	57
Furador de rolhas	58
Garras	58
Haste universal ou suporte universal	58
Mufa	59
Mufla	59
Pera	59
Pinça anatômica	60
Pinça de madeira	60
Pipetador automático	61
Pipetador de Pasteur	61
Pisseta (frasco lavador)	61
Placas de Petri	62
Potenciômetro	62
Refratômetro	63
Suporte para tubo de ensaio	63
Tela de amianto	63
Termômetro de mercúrio	64
Triângulo	64
Tripé	65
Trompa d'água	65
Tubos recurvados	66
Vidro relógio	66
Referências	66
2.2 POP SEGURANÇA NO LABORATÓRIO DE BROMATOLOGIA	71
Sumário	71
Introdução	71
Normas de segurança	72
Normas gerais para o armazenamento de substâncias químicas	74
Rotulagem e símbolos de risco	75
Manuseio de produtos químicos e gases	76
Técnicas de aquecimento de substâncias no laboratório	77
Lavagem de vidraria	78
Tratamento de resíduos	78
Vazamento / derramamento	80
Primeiros socorros	81
Referências	83
Apêndices	85
2.3 POP LIMPEZA DE VIDRARIA DO LABORATÓRIO DE BROMATOLOGIA	95
Sumário	95
Introdução	95
Preparo de soluções	96
Procedimento de limpeza da vidraria antes do primeiro uso	96
Procedimento de limpeza da vidraria em geral	97
Procedimento de limpeza de vidraria contendo resíduos de gordura	98

Referências	99
Apêndice	100
3. ANÁLISES BROMATOLÓGICAS DE ALIMENTOS	103
Referências	105
3.1 POP PREPARO DE AMOSTRAS	107
Sumário	107
Introdução	107
Inspeção da amostra	107
Pré-tratamento da amostra bruta	108
Preparo da amostra – amostra de laboratório	108
Referências	111
3.2 POP DETERMINAÇÃO DE UMIDADE	113
Sumário	113
Introdução	113
Material, equipamentos e reagentes	113
Preparo da vidraria	113
Determinação de umidade	114
Cálculo do teor de umidade (%)	115
Cuidados	115
Referências	115
Apêndice A	116
3.3 POP DETERMINAÇÃO DE CINZAS	119
Sumário	119
Introdução	119
Material, reagentes e equipamentos	119
Preparo da amostra e da vidraria	120
Determinação	121
Cálculo do teor de cinzas (% , base úmida)	124
Cuidados	124
Referências	126
Apêndice A	127
3.4 POP DETERMINAÇÃO DE PROTEÍNAS PELO MÉTODO DE KJELDAHL	129
Sumário	129
Introdução	129
Material, reagentes e equipamentos	129
Preparo de soluções	130
Determinação	131
Cálculo do teor de proteínas (% , base úmida)	133
Referências	134
Anexo	135
Apêndice A	136
Apêndice B	137
3.5 POP DETERMINAÇÃO DE LIPÍDIOS POR SOXHLET	139
Sumário	139
Introdução	139
Material, equipamentos e reagentes	139
Preparo da amostra, vidraria e equipamentos	140
Montagem do sistema utilizado no laboratório de bromatologia – equipamento Soxhlet	141
Determinação	143
Cálculo do teor de lipídios (% , base seca)	143
Cuidados	144

Referências	145
Apêndice A	146
3.6 POP DETERMINAÇÃO DE LIPÍDIOS PELA TÉCNICA DE Blich & Dyer.	149
Sumário	149
Introdução	149
Material, equipamento e reagentes	150
Preparo das soluções	150
Determinação	150
Cálculo do teor de lipídios (% base úmida)	155
Cuidados	156
Referências	157
Apêndice A	158
3.7 POP DETERMINAÇÃO DE FIBRA BRUTA CONFORME MÉTODO Ba 6a-05 DA AOAC	161
Sumário	161
Introdução	161
Material, reagentes e equipamentos	161
Preparo dos reagentes	162
Preparo da amostra e da vidraria	163
Determinação	166
Cálculo do teor de fibra bruta (% base seca)	168
Referências	168
Apêndice A	169
4. CONCLUSÕES	171

INTRODUÇÃO

Um alimento é composto por um conjunto de macro e micronutrientes, os quais passam por modificações químicas devido às reações que ocorrem devido ao metabolismo natural do produto, a sua deterioração ou ao processamento tecnológico a que o alimento é submetido. Desta forma, as propriedades químicas das frações que compõem o alimento devem ser conhecidas, e as modificações sofridas pelas mesmas devem ser compreendidas (ANDRADE, 2006), para garantir a confiabilidade dos resultados obtidos nas análises realizadas (CECCHI, 2003).

A análise de alimentos é uma área importante no ensino de Ciência, Tecnologia e Engenharia de Alimentos, pois é aplicada em vários pontos da cadeia de produção de alimentos (caracterização de alimentos *in natura*, desenvolvimento de produtos, controle de qualidade, fabricação, estocagem) (CECCHI, 2003).

Em qualquer esfera profissional, é importante desenvolver um trabalho com qualidade. A demonstração da competência técnica, alicerçada em regras internacionais consensualizadas, é pré-requisito para a sobrevivência de qualquer laboratório. Por isso, é importante desenvolver atividades, no sentido de implementar o Sistema de Qualidade de acordo com os requisitos da norma ABNT ISO/IEC 17.025. Uma das principais características deste sistema é documentar todas as atividades realizadas no laboratório, com a finalidade de padronizá-las (IAL, 2008).

Os procedimentos operacionais e os métodos que definem sistemas provêm instruções e designam a responsabilidade pelas atividades compreendidas, através de uma estrutura semelhante às normas técnicas que fazem parte da implementação da gestão da qualidade nos laboratórios (FELIPPES; AGUIAR; DINIZ, 2011).

O Procedimento Operacional Padrão (POP) busca fazer com que um processo, independentemente da área, possa ser realizado sempre de uma mesma forma, permitindo a verificação de cada uma de suas etapas. Por isso, ele deve ser descrito de forma detalhada, para a obtenção de uniformidade na rotina operacional (DAINESI; NUNES, 2007).

A elaboração do POP consiste em mapear um processo específico, contemplando todos os passos para a realização do mesmo, de maneira simples e objetiva, de modo a facilitar o seu entendimento. Inicia-se com a transcrição das tarefas rotineiras realizadas, sendo que quem as executa deve colaborar na criação do procedimento, bem como no treinamento e na capacitação para a aplicação do mesmo. O conteúdo do POP, assim como sua aplicação ou implantação, deverá ter o completo entendimento e familiarização por parte das pessoas que participam direta e/ou indiretamente da qualidade

final daquele procedimento, cabendo aos supervisores a responsabilidade pela revisão e aprovação do mesmo (DUARTE, 2005).

O POP analítico define o passo a passo do ensaio e, por isso, deve conter todas as informações técnicas necessárias para um bom controle do processo. Pode conter figuras e fluxogramas de fácil entendimento, para uma melhor memorização da equipe e para a realização de todas as etapas da análise (CAMPOS, 2004).

Sendo a qualidade um pré-requisito para a sobrevivência de qualquer laboratório, deve-se buscar a padronização dos procedimentos utilizados neste local, para a obtenção de resultados confiáveis. Desta forma, os POPs de “Vidraria, Utensílios e Equipamentos do Laboratório de Bromatologia” – Partes I, II e III, “Segurança no Laboratório de Bromatologia”, “Limpeza de vidraria do Laboratório de Bromatologia” e técnicas de Bromatologia de Alimentos (“Preparo de amostras”, “Determinação de umidade”, “Determinação de cinzas”, “Determinação de proteínas pelo método de Kjeldahl”, “Determinação de lipídios por Soxhlet”, “Determinação de lipídios pela técnica de Bligh & Dyer”, “Determinação de fibra bruta conforme método Ba 6a-05 da AOAC”), elaborados e implantados no Laboratório de Bromatologia de Alimentos do Instituto Federal Catarinense (IFC) – *Campus* Concórdia, estão apresentados no primeiro volume deste livro.

Este laboratório atende prioritariamente às demandas de aulas práticas dos componentes curriculares dos cursos Técnicos Integrados ao Ensino Médio (Alimentos e Agropecuária) e de Graduação (Engenharia de Alimentos, Agronomia, Medicina Veterinária) ofertados no *Campus*. Além disso, no local, são desenvolvidas atividades de pesquisa e extensão relacionadas a projetos coordenados por docentes ou técnicos de laboratório da Instituição.

Os POPs apresentados neste livro contemplam as atividades e análises de rotina realizadas no local, além de servirem de ponto de partida para a elaboração e implantação das técnicas analíticas aqui descritas em outros laboratórios.

A elaboração destes POPs surgiu da necessidade de facilitar a utilização da infraestrutura do Laboratório de Bromatologia de Alimentos por parte dos docentes, técnicos de laboratório, discentes, bolsistas e pesquisadores do *Campus*. Os procedimentos foram elaborados por bolsistas de iniciação científica dos cursos de Graduação em Engenharia de Alimentos e Técnico em Alimentos, sob a supervisão de professoras da área de alimentos e da técnica do Laboratório de Bromatologia de Alimentos do *Campus*. Os procedimentos permitem que todos usuários possam se organizar e realizar as análises de forma independente, sem que dúvidas surjam durante o procedimento, minimizando erros na execução da tarefa, o que é fundamental para a qualidade dos resultados obtidos.

Os métodos adotados para a elaboração dos POPs seguiram, principalmente, as metodologias oficiais do Instituto Adolfo Lutz (IAL, 2008). Em alguns POPs, foram utilizados equipamentos específicos disponíveis no laboratório citado, sendo importante ressaltar que a utilização de outros equipamentos irá exigir adaptações para a execução da técnica analítica. Desta forma, esta publicação poderá ser tomada como base para a realização de aulas práticas e de atividades de pesquisa ou extensão por professores, técnicos de laboratório, pesquisadores e alunos de cursos de pós-graduação, graduação e técnicos da área de alimentos e afins.

REFERÊNCIAS

ANDRADE, E. C. B. **Análise de Alimentos:** uma visão química da nutrição. 2.ed. São Paulo: Varela, 2006.

CAMPOS, V. F. **Gerenciamento da rotina do trabalho do dia-a-dia.** Nova Lima: INDG Tecnologia e Serviços, 2004.

CECCHI, H. M. **Fundamentos teóricos e práticos em análise de alimentos.** 2.ed. Campinas: UNICAMP, 2003. 207p.

DAINESI, S. M.; NUNES, D.B. Procedimentos operacionais padronizados e o gerenciamento de qualidade em centros de pesquisa. **Revista da Associação Médica Brasileira**, v. 53, n.1, jan./fev. 2007.

DUARTE, R. L. **Curso de BPLC** - Rondônia, 2005. Disponível: http://www.anvisa.gov.br/reblas/cursos/qualidade17/MP%20_apostila_%205%20-%20final.pdf. Acesso em 21 de junho de 2012.

FELIPPES, B. A; AGUIAR, J. G.; DINIZ, A. C. G. C. Sistema da Qualidade em Laboratórios Universitários: Incentivo ao ensino, pesquisa e extensão. **Revista de Ensino de Engenharia**, v. 30, n.2, p. 14-23, 2011.

IAL (INSTITUTO ADOLFO LUTZ). **Métodos físico-químicos para análise de alimentos.** 4 ed. São Paulo: IAL, 2008.

2. CONDOTA ADEQUADA E ROTINA DE TRABALHO NO LABORATÓRIO¹

2.1 POP Vidraria, Utensílios e Equipamentos do Laboratório de Bromatologia – Partes I, II e III

2.2 POP Segurança no Laboratório de Bromatologia

2.3 POP Limpeza de Vidraria do Laboratório de Bromatologia

Laboratórios de química não são locais de trabalho necessariamente perigosos, desde que certas precauções sejam tomadas. Acidentes em laboratórios podem ocorrer devido a vários motivos, dentre os quais a pressa na obtenção de resultados (DEBACHER; SPINELLI; NASCIMENTO, 2008).

Na condução de um processo analítico em qualquer laboratório, há diversos fatores de risco de naturezas diferentes, e, por isso, é imprescindível que este processo seja estudado, visando, além de resultados confiáveis, a segurança dos profissionais que estão executando-o, bem como dos demais usuários do laboratório (IAL, 2008).

Para que um estabelecimento mantenha a ordem, a segurança e a qualidade nos procedimentos realizados, deve haver normas que zelem pelo local, bem como procedimentos operacionais padronizados em relação às técnicas analíticas, ao preparo de amostras e de vidraria utilizada para a execução das mesmas, assim como ao destino correto dos resíduos gerados (IAL, 2008; DEBACHER; SPINELLI; NASCIMENTO, 2008).

1. Neste documento, as marcas comerciais mencionadas referem-se aos equipamentos e ao material disponíveis no Laboratório de Bromatologia de Alimentos do IFC Campus Concórdia, no momento de elaboração dos POPs aqui descritos. A escolha do equipamento ou material mais adequado para uso no laboratório deve ser feita pelos gestores do local."

A seguir, serão apresentados POPs relacionados à vidraria, utensílios e equipamentos utilizados no Laboratório de Bromatologia de Alimentos do IFC *Campus* Concórdia, um POP sobre normas de segurança que devem ser seguidas no local, bem como um POP sobre a limpeza dos diferentes tipos de vidraria utilizados neste laboratório.

REFERÊNCIAS

DEBACHER, N. A.; SPINELLI, A.; NASCIMENTO, M. G. **Manual de regras básicas de segurança para laboratórios de química, gerenciamento e procedimentos para disposição final.** Universidade Federal de Santa Catarina, Departamento de Química, 2008.

IAL (INSTITUTO ADOLFO LUTZ). **Métodos físico-químicos para análise de alimentos.** 4.ed. São Paulo: IAL, 2008. 1018p.

2.1 POP VIDRARIA, UTENSÍLIOS E EQUIPAMENTOS DO LABORATÓRIO DE BROMATOLOGIA

PARTE I

SUMÁRIO

Balão volumétrico	25
Bureta	26
Picnômetro	27
Pipetas	27
Pipeta graduada	27
Pipeta volumétrica	28
Provetas	28

Neste POP, serão descritos utensílios que medem volumes variados ou definidos e não podem ser levados à estufa de secagem, chapa de aquecimento em temperaturas muito elevadas e banho de aquecimento (FURLONG et al., 2010), suportando até cerca de 60 °C.

BALÃO VOLUMÉTRICO

Função: Utilizado para preparar e diluir soluções, quando se deseja obter uma concentração que seja a mais exata possível (Figura 1).

Cuidados: Não pode ser aquecido, não podendo, portanto, ser seco em estufa.

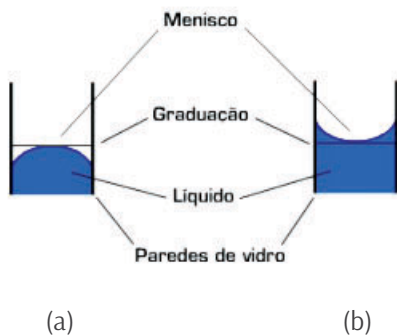
Figura 1 – Balão volumétrico.



Fonte: PROLAB (2013).

O menisco é o ponto máximo ou mínimo da curvatura do líquido, sendo que esta curva pode ser côncava (para cima) ou convexa (para baixo) (Figura 2). Para realizar a leitura do menisco, deve-se compará-lo com a linha de marcação do volume do balão. Para evitar erros de leitura, a linha de marcação do volume do balão deve ser posicionada de tal forma que o líquido esteja na altura dos olhos (SANTOS et al., 2009).

Figura 2 – Ilustração da forma do menisco: (a) côncava e (b) convexa.



Fonte: SANTOS et al. (2009).

BURETA

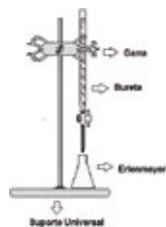
Função: Usada para medidas precisas de líquidos e para análises volumétricas (titulações) (Figura 3).

Orientações para uso: Antes do uso, a bureta deve ser lavada com o líquido que será utilizado para a titulação, o qual deverá ser descartado. Esta operação deve ser repetida duas vezes. Em seguida, a bureta deve ser totalmente preenchida com o líquido que será utilizado para a titulação, cuidando para não haver bolhas na bureta.

Figura 3 – (a) Bureta; (b) aparato para utilização da bureta.



(a)



(b)

Fonte: H'química (2013).

PICNÔMETRO

Função: Utilizado para determinar a densidade de uma substância (Figura 4).

Cuidados: Não tocar o picnômetro com a mão. Deve-se sempre utilizar papel absorvente para manipulá-lo. Eliminar cuidadosamente as bolhas de ar que tendem a permanecer em sua superfície interna. Lavá-lo na troca de líquidos, usando, na última vez da lavagem, sempre que possível, o líquido a ser analisado em seguida. Secá-lo externamente, sem tocar na parte superior.

Figura 4 – Picnômetro.



Fonte: MAX LABOR (2013).

PIPETAS

PIPETA GRADUADA

Função: Usada para medir pequenos volumes ou volumes variáveis (Figura 5).

Cuidados: Não pode ser aquecida; deve ser evitado seu uso em contato com líquidos viscosos que não escoam facilmente e, especialmente, extratos vegetais, pois esses podem ser resinosos, impregnando nas paredes da pipeta, dificultando, assim, sua limpeza.

Figura 5 – Pipetas graduadas.



Fonte: CAP LAB (2013).

PIPETA VOLUMÉTRICA

Função: Permite medir um único volume de líquido (Figura 6).

Cuidados: Não pode ser aquecida, pois possui grande precisão de medida; deve ser evitado seu uso em contato com líquidos viscosos que não escoam facilmente.

Figura 6 – Pipetas volumétricas.



Fonte: CAP LAB (2013).

ATENÇÃO! Nunca se deve pipetar líquidos cáusticos, venenosos ou corantes com a boca!

Obs: Como auxílio para pipetar, usa-se a pera, acoplada à pipeta (vide Pera – POP nº BRO01 – Vidraria, utensílios e equipamentos do Laboratório de Bromatologia – Parte III).

PROVETAS

Função: Utilizada para a medição precisa de volumes maiores do que aqueles proporcionados pelas pipetas, bem como para a transferência de volumes de líquidos (Figura 7).

Cuidado: Não devem ser aquecidas.

Figura 7 – Provetas.



Fonte: PROLAB (2013).

2.1 POP VIDRARIA, UTENSÍLIOS E EQUIPAMENTOS DO LABORATÓRIO DE BROMATOLOGIA

PARTE II

SUMÁRIO

Balão de fundo chato	31
Balão de fundo redondo	32
Balão para destilação	33
Béquer	34
Erlenmeyer	34
Frasco Kitassato	35
Frasco para reativos	36
Funil analítico	37
Funil de Büchner	39
Funil de separação	39
Tubos de ensaio	40

Neste POP, serão descritos utensílios para conter, guardar e transferir volumes. São geralmente resistentes ao aquecimento. Usados em reações, dissolução de substâncias, filtrações, entre outros.

BALÃO DE FUNDO CHATO

Função: Utilizado como recipiente para conter líquidos ou soluções, fazer reações de desprendimento de gases e no aquecimento demorado de líquidos, utilizando-se, para isso, o tripé com tela de amianto ou chapa de aquecimento. Pode ser com e sem boca esmerilhada (Figuras 1a e 1b). Os balões de boca esmerilhada são usados para sistemas de refluxo.

Manutenção: A borda dos balões de boca esmerilhada deve ser lubrificada com silicone.

Figura 1 – Balão de fundo chato (a) com boca esmerilhada e (b) sem boca esmerilhada.



Fonte: MAX LABOR (2013).

BALÃO DE FUNDO REDONDO

Função: Utilizado principalmente em sistemas de refluxo e evaporação a vácuo, para o aquecimento de líquidos e reações de desprendimento de gases (Figura 2).

Figura 2 – Balão de fundo redondo.



Fonte: MAX LABOR (2013).

BALÃO PARA DESTILAÇÃO

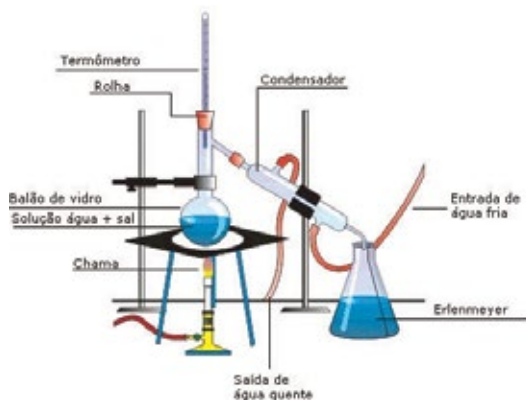
Função: Utilizado para destilações simples (Figuras 3 e 4).

Figura 3 – Balão para destilação.



Fonte: PROLAB (2013).

Figura 4 – Representação de uma destilação simples.



Fonte: INFO ESCOLA (2013).

A solução é colocada em um balão de destilação, que é aquecido por uma chama, até que o líquido com menor ponto de ebulição comece a evaporar. Antes de colocar a solução, a boca do balão é fechada com uma rolha com termômetro.

Na saída lateral do balão, é acoplado o condensador, que é formado por um duto interno, pelo qual vai passar água corrente fria. Quando o vapor entra em contato com as paredes frias do condensador, ele condensa e volta ao estado líquido.

Após o condensador, terá um recipiente de coleta, como um bquer ou erlenmeyer, o qual fará a coleta do líquido de menor ponto de ebulição. No balão de destilação, ficará a substância líquida com maior ponto de ebulição.

BÉQUER

Função: Utilizado para aquecimento de líquidos, reações de precipitação, reações entre soluções, dissolução de substâncias sólidas e pesagem de sólidos (Figura 5).

Cuidados: Deve-se evitar o uso de bastão de vidro contra as paredes e o fundo do Bquer, pois o mesmo pode ser quebrado. Para levá-lo ao fogo, deve-se usar tripé com proteção de tela de amianto.

Figura 5 – Recipientes de bquer de diversos volumes (as soluções contidas nos recipientes são apenas para facilitar a visualização da vidraria).



ERLENMEYER

Função: Empregado na dissolução de substâncias, em titulações, no aquecimento de líquidos e em reações químicas (Figura 6). Não pode ser utilizado para determinar medidas precisas, mas sim medidas aproximadas. Sua boca estreita não permite que respinguem soluções e impede a evaporação de solventes voláteis.

Figura 6 – Erlenmeyer de diferentes capacidades (as soluções contidas nos recipientes são apenas para facilitar a visualização da vidraria).



FRASCO KITASSATO

Função: Utilizado em sistemas para filtração a vácuo (Figuras 7 e 8).

Uso: Deve ser conectado, por meio de uma mangueira, a uma bomba a vácuo.

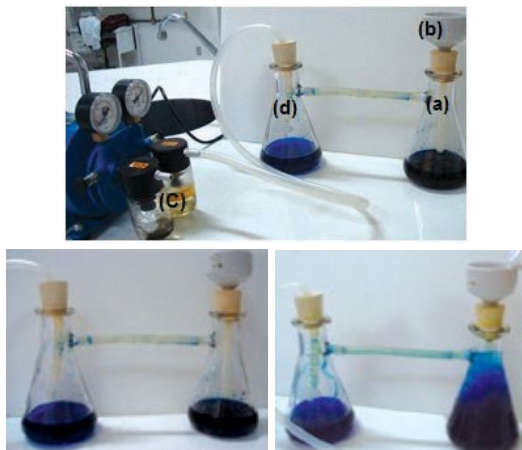
Cuidados ao usar o sistema Kitassato + Funil de Büchner + Bomba a vácuo: Deve ser utilizado um *trap* entre o Kitassato e a bomba, para evitar a passagem de resíduos para o interior da bomba.

Figura 7 – Kitassato (a solução contida no recipiente é apenas para facilitar a visualização da vidraria).



Fonte: PROLAB (2013).

Figura 8 – Aparato para filtração a vácuo: (a) Kitassato, (b) Funil de Büchner, (c) Bomba a vácuo, (d) *trap* (as soluções contidas nos recipientes são apenas para facilitar a visualização da vidraria).



FRASCO PARA REATIVOS

Função: Permitem guardar soluções para posterior uso (Figura 9).

Cuidados no armazenamento: Reagentes químicos não podem ser guardados em ordem alfabética, evitando que produtos incompatíveis fiquem próximos (Tabela 1). Sempre devem ser identificados com uma etiqueta (modelo na Figura 10). Outros detalhes sobre o armazenamento de substâncias químicas serão apresentados no POP SEGURANÇA NO LABORATÓRIO DE BROMATOLOGIA.

Figura 9 – Frascos para reativos: (a) em vidro, (b) em vidro na cor âmbar e (c) plástico.



(a)



(b)



(c)

Fonte: MAX LABOR (2013).

Tabela 1 – Produtos químicos incompatíveis para fins de armazenagem.

Substância química	Incompatibilidade
Ácido acético	Ácido crômico, ácido perclórico, peróxidos, permanganatos, ácido nítrico, etileno glicol.
Ácido sulfúrico	Cloratos, percloratos, permanganatos de potássio e os sais de lítio, sódio.
Ácido nítrico concentrado	Ácido cianídrico, anilinas, óxidos de cromo (VI), sulfeto de hidrogênio, líquidos e gases inflamáveis, ácido acético, ácido crômico.
Líquidos inflamáveis	Ácido nítrico, nitrato de amônio, óxido de cromo (VI), peróxidos.

Fonte: CAMPOS (2003).

Figura 10 – Sugestão de modelo de etiqueta para a identificação de reagentes.

Reagente	
Concentração	
Disciplina	
Professor	
Data do preparo	
Data de validade	
Responsável pelo preparo	
Observações	

Nos frascos de cor âmbar, são colocadas as substâncias que se decompõem em presença de luz. Nos frascos brancos, são colocadas as substâncias que não se decompõem em presença de luz. Os frascos podem ser feitos de vidro ou plástico, com ou sem tampa esmerilhada. Os frascos de gargalo estreito são utilizados para conter líquidos e os de gargalo largo, para substâncias sólidas.

FUNIL ANALÍTICO

Função: Auxilia em transferências de líquidos, em filtrações, no enchimento de frascos e como suporte para papel filtro (Figuras 11 e 12).

Cuidado: Deve ser sempre usado apoiado em um anel de ferro apropriado, preso a suporte adequado, e nunca apoiado sobre o frasco de acondicionamento.

Figura 11 – Funil analítico de vidro.



Fonte: CAP LAB (2013).

Figura 12 – Aparato para a utilização do funil simples.



FUNIL DE BÜCHNER

Função: Utilizado para filtração a vácuo (Figura 13), tendo a função de filtro em conjunto com o Kitassato.

Figura 13 – Funil de Büchner.



Fonte: MAX LABOR (2013).

FUNIL DE SEPARAÇÃO

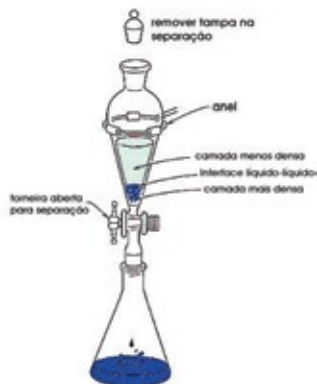
Função: Utilizado na separação de líquidos imiscíveis e na extração líquido/líquido (Figura 14). Também pode ser chamado de funil de decantação ou funil de bromo.

Figura 14 – Funil de separação.



Cuidado: No procedimento de extração líquido-líquido (Figura 15) primeiro, inverte-se o funil com a torneira para cima e abre-se a mesma para expelir os gases. Esta operação não deve ser realizada com a saída da torneira no sentido da pessoa operadora, nem de qualquer outra pessoa, e deve ser feita na capela. Após colocar o funil de separação apoiado em anel de ferro conectado a um suporte universal, deixá-lo em repouso o tempo necessário para a separação dos líquidos. Separar os líquidos mediante a abertura da torneira coletando o líquido mais denso. Não esquecer de abrir a tampa do frasco.

Figura 15 – Demonstração de extração líquido-líquido.



Fonte: UFSC (2013).

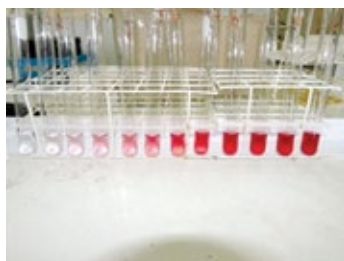
TUBOS DE ENSAIO

Função: Usados para efetuar reações com pequenas quantidades de reagentes químicos. Podem ser com tampa, com rosca, sem rosca e abertos (Figura 16).

Cuidado: O aquecimento do tubo de ensaio não deve ser realizado com a boca do tubo no sentido da pessoa operadora, nem de qualquer outra pessoa.

ATENÇÃO! Ficar atento a qualquer sinal de trincamento ou rachaduras. Caso isso ocorra, não se deve utilizar o tubo!

Figura 16 – Tubo de ensaio com rosca e tampa (as soluções contidas nos tubos são apenas para facilitar a visualização dos mesmos).



2.1 POP VIDRARIA, UTENSÍLIOS E EQUIPAMENTOS DO LABORATÓRIO DE BROMATOLOGIA

PARTE III

SUMÁRIO

Agitador mecânico	38
Agitador mecânico	44
Almofariz ou gral com pistilo	45
Anel metálico.	45
Balança.	45
Banho-maria	46
Banho de ultrassom	47
Bastão de vidro	47
Bico de Bunsen	47
Bomba de vácuo	48
Cadinhos.	49
Capela.	49
Cápsula de porcelana	50
Centrífuga	50
Chapa de aquecimento e agitação	51
Condensador	52
Cristalizadores	52
Dessecador	53
Destilador de proteínas Kjeldahl	54
Digestor de fibras.	55
Digestor de proteínas	55
Ebuliômetro.	56
Escova	56
Espátula	56
Estufa	57
Evaporador rotativo a vácuo	57
Furador de rolhas.	58
Garras	58
Haste universal ou suporte universal	58

Mufa.59
Mufla59
Pera59
Pinça anatômica.60
Pinça de madeira60
Pipetador automático61
Pipetador de Pasteur61
Pisseta (frasco lavador)61
Placas de Petri.62
Potenciômetro62
Refratômetro63
Suporte para tubo de ensaio63
Tela de amianto63
Termômetro de mercúrio.64
Triângulo64
Tripé65
Trompa d'água.65
Tubos recurvados66
Vidro relógio66
Referências66

Neste POP, serão descritos utensílios e equipamentos de uso variado.

AGITADOR MECÂNICO

Função: Promove agitação em fluidos, líquidos semi-viscosos e material em suspensão através de movimento circular de hélices (Figura 1).

Figura 1 – Agitador mecânico.



Fonte: PROLAB (2013).

ALMOFARIZ OU GRAL COM PISTILO

Função: Utilizado para triturar e pulverizar sólidos (Figura 2).

Figura 2 – Gral com pistilo.



ANEL METÁLICO

Função: Utilizado como suporte para a tela de amianto, o funil de separação, funis simples, entre outros (Figura 3). Vide Figura 12 (Aparato para utilização do funil analítico simples) do POP nº BRO01 (Vidrareria, Utensílios e Equipamentos do Laboratório de Bromatologia– Parte II).

Figura 3 – Anel metálico.



BALANÇA

Função: Permite aferir massas de substâncias.

Balança Semi-analítica utilizada no Laboratório de Bromatologia: Gehaka Bk3000 (carga máxima: 3.100 g; mínima: 0,2 g; d: 0,01 g) (Figura 4).

Balança Analítica utilizada no Laboratório de Bromatologia: Gibertini E425-B (carga máxima: 240 g; mínima: 0,01 g; d: 0,1 mg).

Balança Analítica utilizada no Laboratório de Bromatologia: Shimadzu AUY220 (carga máxima: 220 g; mínima: 0,1 g; d: 0,0001 g) (Figura 5).

Figura 4 – Balança semi-analítica Gehaka.



Fonte: AGROADS (2013).

Figura 5 – Balança analítica Shimadzu.



Fonte: KNWAAGEN (2013).

BANHO-MARIA

Função: Usado para aquecer substâncias sólidas e líquidas que não podem ser expostas diretamente ao fogo e que precisam ser aquecidas lenta e uniformemente (Figura 6).

Figura 6 – Banho-maria.



Fonte: QUIMIS (2016).

BANHO DE ULTRASSOM

Função: Possibilita uma limpeza eficiente em áreas de difícil acesso dos instrumentos, além de realizar a descontaminação dos alimentos, expulsar gases dissolvidos em líquidos e promover uma mistura eficiente de líquidos imiscíveis (Figura 7).

Figura 7 – Banho de ultrassom.



Fonte: UNIQUE (2016).

BASTÃO DE VIDRO

Função: Utilizado para agitar substâncias, facilitando a homogeneização e a introdução de líquidos em frascos (Figura 8).

Figura 8 – Bastão de vidro.



BICO DE BÜNSEN

Função: Aquecedor a gás com chama de temperatura variável (Figuras 9 e 10).

ATENÇÃO! Verificar inicialmente se a válvula de ar do bico de Bunsen está fechada antes de começar a utilizá-lo. Caso esteja fechada, ligar o gás, a válvula e, posteriormente, acender o bico.

Figura 9 – Bico de Bunsen.



Fonte: MAX LABOR (2013).

Figura 10 - Representação das chamas no bico de Bunsen.



Fonte: UFERSA (2013).

BOMBA DE VÁCUO

Função: Usada para a produção de vácuo no interior de um recipiente. Com a criação desse vácuo, através de uma filtração, a bomba move líquidos e outros materiais de uma amostra (Figura 11).

Figura 11 – Bomba de vácuo.



Fonte: MAX LABOR (2013).

CADINHOS

Função: Utilizados para aquecer substâncias a seco e com grande intensidade no processo de calcinação e na secagem, e em fusões de substâncias no bico de Bunsen ou na mufla (Figura 12).

Os cadinhos podem ser fabricados em diferentes materiais, como metais (ferro, chumbo, platina ou titânio) ou cerâmicas (carbeto de silício ou alumina). Apresentam resistências térmicas variáveis, as quais devem ser previamente verificadas antes do pretendido para o material. Os cadinhos de porcelana, por exemplo, suportam temperaturas de até cerca de 1050 °C.

Figura 12 – Cadinho de porcelana.



Fonte: MAX LABOR (2013).

CAPELA

Função: Local onde se realizam as reações que liberam gases ou vapores tóxicos (Figura 13).

ATENÇÃO! O material sempre deve ser manipulado com a porta da capela abaixada e com a exaustão ligada.

Figura 13 – Capela de exaustão.



Fonte: PROLAB (2013).

CÁPSULA DE PORCELANA

Função: Usada para conter substâncias em processos de evaporação, dissolução a quente, calcinação, secagem e aquecimento (Figura 14).

ATENÇÃO! Não pode ser levada à mufla.

Figura 14 – Cápsula de porcelana.



Fonte: MAX LABOR (2013).

CENTRÍFUGA

Função: Permite acelerar o processo de decantação (Figura 15), podendo trabalhar com volumes variáveis, dependendo do equipamento utilizado.

Informações do equipamento utilizado no Laboratório de Bromatologia: Quimis Q222T - Velocidade máxima: 3400 rpm.

ATENÇÃO!

- Certificar-se de que os tubos contendo a amostra estão bem fechados e são compatíveis;
- Conferir se os tubos em uso estão em bom estado de conservação e isentos de rachaduras, para não ocorrer quebra dentro da centrífuga;
- Evitar o uso de tubo de vidro;
- Não abrir a tampa do equipamento durante o seu funcionamento;
- Realizar a limpeza da centrífuga após o uso.

Figura 15 – Centrífuga de Eppendorfs.



Fonte: QUIMIS (2013).

CHAPA DE AQUECIMENTO E AGITAÇÃO

Função: Permite aquecer substâncias de forma indireta (banho-maria) (Figura 16).

Informações do equipamento utilizado no Laboratório de Bromatologia: Velp Scientifica.

Temperatura: desde a temperatura ambiente até 370 °C. 900 W de potência de aquecimento – suporta volumes de até 25 L.

ATENÇÃO! Nunca se devem aquecer solventes voláteis em chapas de aquecimento. Ao aquecer solventes como etanol e metanol em chapas, sempre se deve usar um sistema munido de condensador.

Caso alguma substância como um polímero caia sobre a chapa, deve-se desligá-la e limpá-la normalmente. Em caso de manipulação de ácidos, aconselha-se fazer o aquecimento em uma capela de exaustão.

Figura 16 – Chapa de aquecimento e agitação.



Fonte: VELP (2013).

CONDENSADOR

Função: Utilizado em processos de destilação (Figura 17). Tem como finalidade condensar vapores gerados pelo aquecimento de líquidos (Figura 18). Ver o item “Balão para destilação”, no POP nº BRO01 (Vidraria, Utensílios e Equipamentos do Laboratório de Bromatologia– Parte II).

Figura 17 – Condensador.



Fonte: PROLAB (2013).

Figura 18 – Conexão de mangueiras para a circulação de água no condensador.



CRISTALIZADORES

Função: Utilizado para cristalizar o soluto de uma solução, por evaporação do solvente. Também pode ser usado como cobertura ou como recipiente (Figura 19).

Figura 19 – Cristalizador.



Fonte: MAX LABOR (2013).

DESSECADOR

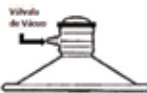
Função: Usado para resfriar substâncias em ausência de umidade (Figura 20). Contém um agente de secagem denominado dessecante, sendo o mais utilizado a sílica-gel, a qual contém um indicador de umidade (cloreto de cobalto), que fica com uma coloração azulada (azul intenso) na ausência de umidade.

Cuidados: Na retirada de vácuo do dessecador, envolver a válvula de vácuo (Figura 21) com papel toalha ou pano de prato, evitando que a mesma quebre na mão do operador. Para a remoção ou colocação da tampa em um dessecador, fazer o movimento de arrastá-la para o lado, para minimizar a perturbação da amostra e evitar a quebra da tampa do dessecador.

Figura 20 – Conjunto de dessecador e tampa de vidro, e base de cerâmica na parte interna.



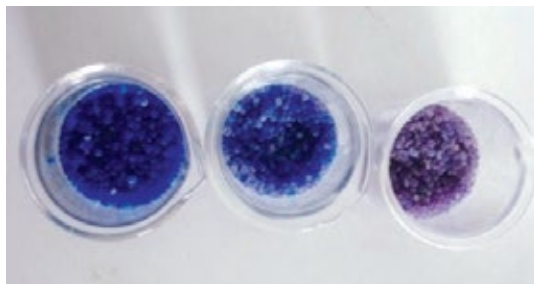
Figura 21 – Demonstração da válvula de vácuo da tampa do dessecador.



Fonte: MAX LABOR (2013).

Manutenção: Quando a sílica se satura de umidade, apresenta uma coloração rosa-da, devendo-se levá-la então à estufa até que fique novamente com uma cor azul (Figura 22). As superfícies de vidro esmerilhado do corpo e da tampa do dessecador devem ser engraxadas com silicone sempre que se fizer necessário.

Figura 22 – Evolução da cor da sílica: seca a úmida (da esquerda para a direita).



DESTILADOR DE PROTEÍNAS KJELDAHL

Função: Usado para destilar amostras para a determinação de proteínas através do nitrogênio orgânico total (Figura 23).

Figura 23 – Destilador de proteínas Kjeldahl, marca Logen Scientific.



DIGESTOR DE FIBRAS

Função: Usado para a determinação de fibras nos alimentos (Figura 24).

Figura 24 – Bloco digestor de fibras.



Fonte: QUIMIS (2013).

DIGESTOR DE PROTEÍNAS

Função: Usado para digerir amostras para a determinação de proteínas através do nitrogênio orgânico total (Figura 25).

Figura 25 – Bloco digestor de proteínas, marca Logen Scientific.



EBULIÔMETRO

Função: Serve para medir o teor alcoólico de um líquido (Figura 26).

Figura 26 – Ebuliômetro.



Fonte: MAIS PLÁSTICO (2013).

ESCOVA

Função: Utilizada para lavar tubos de ensaio, frascos, pipetas, provetas, erlenmeyer (Figura 27).

Figura 27 – Escovas para limpeza de vidraria.



Fonte: CAP LAB (2013).

ESPÁTULA

Função: Usada para retirar substâncias químicas sólidas dos seus frascos (Figura 28).

Figura 28 – Espátulas metálicas de diferentes capacidades.



ESTUFA

Função: Aparelho elétrico utilizado para dessecação ou secagem de substâncias sólidas, e para a evaporação lenta de líquidos (Figura 29).

Equipamento do Laboratório de Bromatologia: EDUTEC – Temperatura de operação de 10 °C a 250 °C.

Figura 29 – Estufa.



Fonte: MAX LABOR (2013).

EVAPORADOR ROTATIVO A VÁCUO

Função: Utilizado na recuperação de solventes, destilação de produtos orgânicos termossensíveis, preparação de fases estacionárias, recristalizações, desidratações (Figura 30).

Figura 30 – Evaporador rotativo a vácuo.



Fonte: MAX LABOR (2013).

FURADOR DE ROLHAS

Função: Utilizado para produzir orifícios de diferentes diâmetros em rolhas de cortiça ou de borracha (Figura 31).

Figura 31 – Furador de rolhas.



Fonte: MAX LABOR (2013).

GARRAS

Função: Permitem sustentar objetos no suporte universal (Figura 32).

Figura 32 – Garras metálicas.



HASTE UNIVERSAL OU SUPORTE UNIVERSAL

Função: Utilizado para sustentar e prender utensílios por meio de garras (Figura 33).

Figura 33 – Suporte universal.



Fonte: MAX LABOR (2013).

MUFA

Função: Adaptador para o suporte universal e outros utensílios (Figura 34).

Figura 34 – Mufa.



MUFLA

Função: Permite calcinar materiais (Figura 35).

Temperatura máxima de operação: 1250 °C

Figura 35 – Forno mufla.



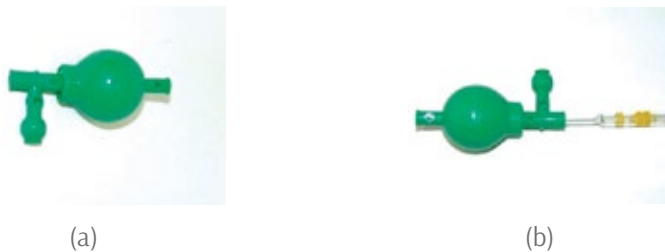
PERA

Função: Usada para pipetar soluções (Figura 36a).

Utilização: Usa-se a pera acoplada na extremidade de uma pipeta (Figura 36b).

Antes de ser utilizada, deve-se retirar todo o ar da pera, apertando a bolinha com a letra A. Para sugar o líquido, deve-se pressionar a bolinha com a letra S e, para expulsar o líquido, a bolinha com a letra E. Para expulsar a última gota, deve-se apertar o orifício na extremidade lateral da pera, ao lado da bolinha de letra E.

Figura 36 – (a) Pera, com a indicação dos pontos de retirada de ar (A), sucção (S) e expulsão (E) do líquido, e (b) pera acoplada a uma pipeta graduada.



PINÇA ANATÔMICA

Função: Usada na manipulação e apreensão de pequenas estruturas, materiais ou tecidos (Figura 37).

ATENÇÃO! Deve-se evitar o contato do material da pinça com agentes corrosivos.

Figura 37 – Pinça metálica anatômica.



Fonte: MAX LABOR (2013).

PINÇA DE MADEIRA

Função: Usada para segurar tubos de ensaio durante o aquecimento direto no bico de Bunsen, evitando queimadura nos dedos (Figura 38).

Figura 38 – Pinça de madeira.



PIPETADOR AUTOMÁTICO

Função: Utilizado para medir volumes reduzidos de forma precisa (Figura 39). Utiliza-se com ponteiros descartáveis em plástico.

Figura 39 – Pipetadores automáticos de diferentes marcas e capacidades.



PIPETADOR DE PASTEUR

Função: É uma pipeta que possui na ponta um balão que, quando pressionado, irá expelir o ar. Mergulha-se então a ponta da pipeta no líquido e, em seguida, solta-se o balão, fazendo assim com que o líquido entre na pipeta (Figura 40).

Figura 40 – Pipetador plástico de Pasteur (as soluções contidas nos pipetadores são apenas para facilitar a visualização dos mesmos).



PISSETA (FRASCO LAVADOR)

Função: Usada para lavagens, remoção de precipitados, armazenamento de água destilada (Figura 41).

Cuidado: Caso seja necessário o seu uso para outro reagente, que não seja a água destilada, o frasco deverá ser rotulado. Como exemplo, “álcool a 70%”.

Figura 41 – Pisseta.



Fonte: PROLAB (2013).

ATENÇÃO! Antes de fazer a troca da água destilada na pisseta, é necessário se certificar de que a mesma esteja devidamente lavada, para que não haja contaminações.

PLACAS DE PETRI

Função: Usadas principalmente para o preparo de meios de cultura, porém pode-se utilizá-las para outras finalidades como a pesagem de amostras ou a evaporação de solventes de materiais (Figura 42).

Figura 42 – Placa de Petri.



POTENCIÔMETRO

Função: Utilizado para fazer a medição do pH (Figura 43).

Figura 43 – Potenciômetro.



REFRATÔMETRO

Função: Utilizado para medir o índice de refração e os °Brix de uma substância translúcida (Figura 44).

Figura 44 – Refratômetro de bancada.



Fonte: DAJOTA (2013).

SUPORTE PARA TUBO DE ENSAIO

Função: Utilizado para suportar os tubos de ensaio. Pode ser de madeira ou metal, de vários tamanhos (Figura 45).

Figura 45 – Suporte metálico para tubos de ensaio.



Fonte: PROLAB (2013).

TELA DE AMIANTO

Função: Serve como suporte para as peças a serem aquecidas, distribuindo uniformemente o calor recebido pela chama do bico de Bunsen (Figura 46).

Figura 46 – Tela de amianto.



TERMÔMETRO DE MERCÚRIO

Função: Permite observar a temperatura alcançada nas substâncias que estão sendo aquecidas (Figura 47).

Faixa de temperatura dos termômetros de laboratório: 10 °C a 100 °C, e de 85 °C a 103 °C (este último é utilizado nos ebuliômetros).

Figura 47 – Termômetro de mercúrio.



Fonte: MAX LABOR (2013).

TRIÂNGULO

Função: Utilizado para sustentar os cadinhos de porcelana, em aquecimento direto no bico de Bunsen (Figura 48).

Figura 48 – Triângulo.



TRIPÉ

Função: Utilizado para sustentar a tela de amianto (Figura 49).

Figura 49 – Tripé.



Fonte: CAP LAB (2013).

TROMPA D'ÁGUA

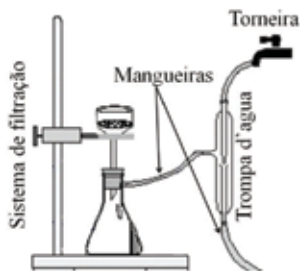
Função: Usada para fazer sucção nas filtrações a vácuo, quando ligado a uma torneira (Figura 50). A trompa d'água irá sugar o ar que existe no interior do kitassato, acelerando a filtração (Figura 51).

Figura 50 – Trompa d'água.



Fonte: LF EQUIPAMENTOS (2013).

Figura 51 – Demonstração da utilização da trompa d'água.

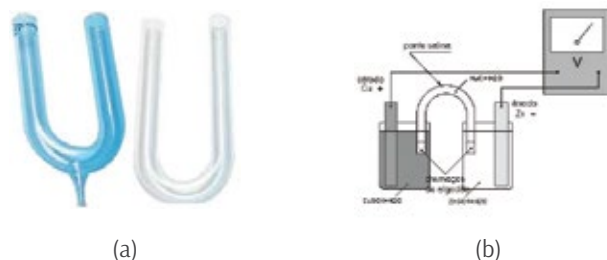


Fonte: Adaptado de QUÍMICA SEED (2013).

TUBOS RECURVADOS

Função: Utilizados como ponte salina, permitindo a passagem de íons na montagem de uma pilha de Daniell (Figuras 52a e b).

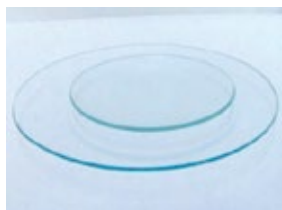
Figura 52 – (a) Tubos recurvados; (b) Representação de uma pilha de Daniell.



VIDRO RELÓGIO

Função: Utilizado para cobrir béqueres em evaporação, para a pesagem de pequenas substâncias, para o recolhimento de sublimados (Figura 53).

Figura 53 – Vidro relógio.



REFERÊNCIAS

AGROADS. **Equipamentos e instalações.** Disponível em: http://www.agroads.com.br/balanca-semianalitica-serie-economica-bk-3000_58094.html. Acesso em 22 de agosto de 2013.

CAP LAB. **Produtos.** Disponível em: <http://www.cap-lab.com.br/produtos>. Acesso em 20 de agosto de 2013.

CAMPOS, S. **Tóxicos/ Intoxicações – Armazenamento de reagentes.** 2003. Disponível em: <http://www.drashirleydecampos.com.br/noticias/1152>. Acesso em 20 de agosto de 2013.

DAJOTA. **Refratômetro abbe digital de bancada.** Disponível em: <http://www.dajota.com.br/produto/nova-wya-2s-refratometro-abbe-digital-de-bancada.html>. Acesso em 22 de agosto de 2013.

Físico – química experimental. **Densidade relativa dos líquidos, método do picnômetro.** Disponível em: http://www.ceunes.ufes.br/downloads/2/gilmenebianco-Exp1_Densidade.pdf Acesso em 15 de novembro de 2012.

FORTI, M.C; ALCAIDE, R.L.M. **Normas para armazenamento seguro de produtos químicos de laboratório de aerossóis, soluções aquosas e tecnologias laquates.** Disponível em <http://mtc-m19.sid.inpe.br/col/sid.inpe.br/mtc-m19/2011/06.03.13.36/doc/publicacao.pdf> Acesso em 13 de novembro de 2012.

FURLONG, E.B; et al. **Bioquímica experimental uma introdução.** Pelotas: Editora universitária/UFPEL, 2010.

H' QUÍMICA. **Equipamento usado no laboratório.** Disponível em: <http://hquimica.webnode.com.br/laboratorio-da-lolita/equipamento-usado-no-laboratorio>. Acesso em 20 de agosto de 2013.

INFO ESCOLA. **Destilação simples.** Disponível em: <http://www.infoescola.com/quimica/destilacao-simples/>. Acesso em 20 de agosto de 2013.

Instrumentos de laboratório. Disponível em: <http://www.quimica.seed.pr.gov.br/modules/galeria/detalhe.php?foto=1224&evento=6> Acesso em 22 de agosto de 2013.

KNWAAGEN. **Balança analítica Shimadzu.** Disponível em:

<http://www.knwaagen.com.br/produtos/balancas-2/balancas-analiticas/balanca-analitica-shimadzu-aux>. Acesso em 22 de agosto de 2013.

LF EQUIPAMENTOS. **Produtos.** Disponível em: http://www.lfequipamentos.com.br/produtos_detalhes.aspx?ProdutoID=747&CategorialD=2. Acesso em 22 de agosto de 2013.

MAIS PLÁSTICO. **Ebuliômetro para determinação decimal de graduação alcoólica.** Disponível em: <http://www.maisplastico.com.br/produtos/80914/ebuliometro-para-determinacao-decimal-de-graduacao-alcoolica->. Acesso em 20 de agosto de 2012.

MARTINS, L. **Destilação simples.** Disponível em: <http://www.infoescola.com/quimica/destilacao-simples/>. Acesso em 13 de novembro de 2012.

MAX LABOR. **Produtos.** Disponível em: <http://www.maxlabor.com.br>. Acesso em 22 de agosto de 2013.

PROLAB. **Vidrarias para laboratório.** Disponível em: <http://www.prolab.com.br/produtos/vidrarias-para-laboratorio>. Acesso em 20 de agosto de 2013.

QUIMIS. **Produtos.** Disponível em: <http://www.quimis.com.br/produtos.php?cat=1&sub=11&prod=72>. Acesso em 20 de agosto de 2013.

RICHERSON, W.D. **Modern Ceramic Engineering:** properties, processing, and use in design. 3 ed. Boca Raton: CRC Press Taylor & Francis Group, 2006.

SANTOS, F.K.G et al. **Disciplina: Laboratório de química geral.** Disponível em: <http://www2.ufersa.edu.br/portal/view/uploads/setores/72/Apostila%20laborat%C3%B3rio%20final.pdf>. Acesso em 12 de junho de 2013.

THE ENGINEERING TOOLBOX. Metals - Melting Temperatures. Disponível em: http://www.engineeringtoolbox.com/melting-temperature-metals-d_860.html. Acesso em 18 de outubro de 2016.

UFERSA. **Apostila Laboratório.** Disponível em: <http://www2.ufersa.edu.br/portal/view/uploads/setores/72/Apostila%20laborat%C3%B3rio%20final.pdf>. Acesso em 20 de agosto de 2013.

UFF (Universidade Federal Fluminense) – Instituto de Biologia – Departamento de biologia celular e molecular. **Equipamentos básicos de laboratório.** Disponível em: <http://www.uff.br/gcm/GCM/atividades/fuly/izabel.htm>. Acesso em 20 de outubro de 2012.

UFSC (Universidade Federal de Santa Catarina). **Extração líquido-líquido.** Disponível em: <http://www.qmc.ufsc.br/organica/exp7/liquido.html>. Acesso em 22 de agosto de 2013.

VEP. **Heating Magnetic stirrers.** Disponível em: http://www.velp.com/en/products/lines/3/family/38/heating_magnetic_stirrers/27/aluminum_hot_plate_stirrer_ared. Acesso em 22 de agosto de 2013.

2.2 POP SEGURANÇA NO LABORATÓRIO DE BROMATOLOGIA

SUMÁRIO

Introdução	71
Normas de segurança	72
Normas gerais para o armazenamento de substâncias químicas	74
Rotulagem e símbolos de risco	75
Manuseio de produtos químicos e gases	76
Técnicas de aquecimento de substâncias no laboratório	77
Lavagem de vidraria	78
Tratamento de resíduos	78
Vazamento / derramamento	80
Primeiros socorros	81
Referências	83
Apêndices	85

INTRODUÇÃO

Na execução de qualquer técnica analítica em um laboratório, há diversos fatores de risco inerentes ao processo. Estes fatores devem ser estudados, para se garantir a obtenção de resultados confiáveis, bem como a segurança dos profissionais e dos demais usuários do laboratório (IAL, 2008). Os acidentes nestes locais podem ocorrer devido a diversos fatores, entre eles, a pressa na realização das análises (DEBACHER; SPINELLI; NASCIMENTO, 2008).

Além da segurança interna do laboratório, as questões ambientais também devem ser priorizadas, evitando-se o descarte inadequado de resíduos poluentes ou tóxicos (IAL, 2008). Desta forma, devem-se tomar certos cuidados durante o trabalho no Laboratório (DEBACHER; SPINELLI; NASCIMENTO, 2008).

Em se tratando de um laboratório localizado em uma instituição de ensino pública e federal, é importante considerar, ainda, a legislação pertinente em vigência. Neste sentido, a Portaria Normativa nº 3, de 7 de maio de 2010, do Ministério do Planejamento, Orçamento e Gestão, estabelece orientações básicas sobre a Norma Operacional de Saúde do Servidor (NOSS), aos órgãos e entidades do Sistema de Pessoal Civil da Administração Pública Federal – SIPEC. Esta regulamentação tem o objetivo de definir diretrizes gerais para a implementação das ações de vigilância aos ambientes e processos de trabalho, e promoção à saúde do servidor. No artigo 12 desta portaria, é indicado

que, na ausência de regulamentação legal destinada aos servidores públicos, devem-se buscar referências em normas nacionais, internacionais e informações científicas atualizadas (BRASIL, 2010). Assim, no Brasil, as Normas Regulamentadoras relacionadas à segurança do trabalho, previstas no regime celetista de trabalho, podem ser tomadas como base para o estabelecimento de normas em laboratórios químicos.

Este POP pretende abordar normas eficazes, que visam à redução de riscos no Laboratório de Bromatologia de Alimentos. Objetiva-se, assim, garantir a segurança dos usuários do local, evitando-se danos à saúde e também ao ambiente (sejam eles imediatos ou permanentes), bem como a perda de material e equipamentos.

NORMAS DE SEGURANÇA

Laboratórios químicos e afins devem ter normas para garantir a ordem e a segurança nos procedimentos realizados nestes locais.

A seguir, são destacadas as mais importantes:

- Ao manipular um reagente desconhecido pelo usuário, o mesmo deve se informar a respeito da toxicidade e de outros riscos envolvidos na manipulação, consultando-se tabelas, rótulos, fichas de informações sobre produtos químicos (FISPQ) e/ou a literatura especializada (IAL, 2008). Estes dados devem ficar localizados, preferencialmente, nas portas dos balcões de reagentes do laboratório, informando o nome da substância e a sua classificação de risco;
- Ao realizar atividades de laboratório, é necessária a utilização de Equipamentos de Proteção Individual (EPI), como: guarda-pó de algodão com mangas compridas, luvas, óculos de proteção para olhos (ao manipular substâncias voláteis ou durante a agitação das mesmas), máscara de proteção respiratória adequada às substâncias manipuladas, e roupa adequada que proteja o corpo, como calças e sapatos fechados (vesti-los de preferência ao entrar no laboratório) (DEBACHER; SPINELLI; NASCIMENTO, 2008; IAL, 2008);
- Familiarizar-se com o local e conhecer as saídas de emergência do mesmo (DEBACHER; SPINELLI; NASCIMENTO, 2008). O *layout* atual do Laboratório de Bromatologia do IFC *Campus* Concórdia (Apêndice 1);
- Saber a localização e conhecer o funcionamento dos extintores, chuveiros e lava olhos (DEBACHER; SPINELLI; NASCIMENTO, 2008);
- Manter o laboratório limpo, arrumado e livre de materiais não pertinentes ao trabalho (IAL, 2008);
- Cumprir e fazer cumprir o regulamento (disponível com os responsáveis pelo local), as normas e a rotina estabelecida pelo professor coordenador do laboratório e/ou técnico nele alocado (DEBACHER; SPINELLI; NASCIMENTO, 2008);

- Não deixar substâncias sem identificação sobre as bancadas, inclusive frascos para descarte de resíduos. Quando frascos forem reutilizados, efetuar imediatamente a troca do rótulo do mesmo, para garantir a correta identificação da substância (DEBACHER; SPINELLI; NASCIMENTO, 2008);
- Atividades relacionadas com gases tóxicos e reagentes fortes devem ser realizadas dentro de uma capela de exaustão de gases. Deve-se verificar se a capela está intacta (sem rachaduras) antes de usá-la e, caso haja janelas próximas à capela, deve-se fechá-las durante o uso da mesma. A capela deve permanecer sempre ligada durante o uso (DEBACHER; SPINELLI; NASCIMENTO, 2008);
- Não se deve entrar em locais de acidentes sem antes colocar os EPIs adequados, como máscaras contra gases, adequada à substância utilizada (DEBACHER; SPINELLI; NASCIMENTO, 2008);
- Antes de serem descartadas no lixo, as vidrarias quebradas devem ser acondicionadas adequadamente. Para isso, devem ser enroladas e identificadas. No caso de existir alguma substância potencialmente perigosa, esta deve, se necessário, ser lavadas com cuidado antes do descarte (IAL, 2008);
- Não jogar nas pias material sólido e líquido que possa contaminar o ambiente. Nestes casos, é necessária a utilização do sistema de gerenciamento de resíduos químicos, os quais devem ser consultados antes de qualquer descarte. Após o descarte, fechar bem as bombonas utilizadas para este fim (DEBACHER; SPINELLI; NASCIMENTO, 2008);
- Em caso de incêndio, deve-se tentar manter a calma e encontrar o extintor adequado para o tipo de fogo (Quadro 1), como o extintor de gás carbônico (Figura 1). Se o incêndio for de grandes proporções, o prédio deve ser evacuado imediatamente (DEBACHER; SPINELLI; NASCIMENTO, 2008);
- Em situações de emergência, ligue para os **Bombeiros: 193**;
- A permanência de crianças dentro do laboratório não deve ser permitida (IAL, 2008);
- Os cabelos compridos devem sempre estar presos, já que podem entrar em contato com produtos químicos ou com fogo, ou, ainda, dificultar a observação, uma vez que limitam o campo de visão (CHAMBEL, 2005).

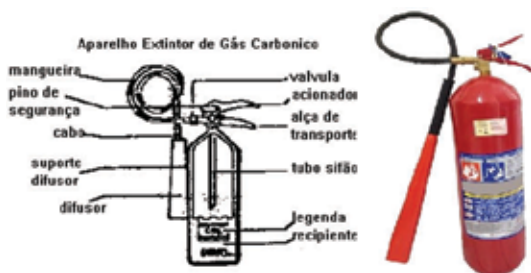
Quadro 1 – Agentes extintores indicados para cada classe de incêndio.

Classes de incêndio	Agentes extintores			
	Água	Espuma	Pó químico	Gás carbônico (CO ₂)
A (madeira, papel, tecidos, etc.)	Sim	Sim	Sim*	Sim*
B (Gasolina, álcool, cera, tintas, etc.)	Não	Sim	Sim	Sim
C (equipamentos e instalações elétricas energizadas)	Não	Não	Sim	Sim
D (elementos pirofosfóricos)	Não	Não	Sim	Não

* Com restrição, pois há risco de reigniçãõ (se possível, utilizar outro agente).

Fonte: FIOCRUZ (2015).

Figura 1 – Representação do extintor de gás carbônico.



Fonte: GARCIA (2014).

NORMAS GERAIS PARA O ARMAZENAMENTO DE SUBSTÂNCIAS QUÍMICAS

O número de reagentes armazenados em um laboratório varia de acordo com o local, o tipo e o volume de trabalho a ser efetuado. A quantidade a ser utilizada deve ser bem planejada, pois o acúmulo de material no local representa perda de espaço útil e pode oferecer risco de acidente (ANDRADE, 2008).

O ideal é que exista um almoxarifado central, de onde serão retirados os reagentes necessários ao trabalho, os quais devem ser devolvidos tão logo deixarem de ser necessários. O almoxarifado deve ser um local fresco, bem iluminado, com ótima ventilação e isolado do restante do laboratório por paredes à prova de fogo. Deve, ainda, apresentar sistema de contenção, no caso de vazamentos. O sistema de iluminação, bem como toda a instalação elétrica, deve ser à prova de explosão, com acionamento externo ao

almoxarifado. Equipamentos para combate a incêndios e para proteção pessoal devem estar à disposição dos usuários. O ideal é este local seja chaveado e que tenha como responsável um profissional especializado, com acesso exclusivo ao mesmo (ANDRADE, 2008). No IFC *Campus* Concórdia, já existe um local destinado à instalação de um almoxarifado.

Todos os recipientes devem estar adequadamente rotulados e dispostos ordenadamente. O estado dos recipientes (integridade da embalagem e do rótulo) deve ser inspecionado periodicamente, e aqueles que não estiverem em boas condições devem ser imediatamente removidos ou reparados (ANDRADE, 2008).

Para facilitar a armazenagem dos reagentes, deve-se dividi-los em categorias, a saber: inflamáveis, tóxicos, explosivos, oxidantes, corrosivos, sensíveis à água, gases comprimidos e substâncias radioativas. É fundamental, ainda, verificar a incompatibilidade das substâncias, para evitar o armazenamento de substâncias incompatíveis no mesmo local (ANDRADE, 2008).

Os reagentes que devem ser mantidos em temperaturas inferiores à temperatura ambiente deverão ser armazenados em câmara fria. O tempo de armazenamento é um fator importante a ser controlado, pois pode representar riscos graves de acidente (ANDRADE, 2008).

ROTULAGEM E SÍMBOLOS DE RISCO

As substâncias presentes em um laboratório poderão causar danos ao seu manipulador, seja via oral, por inalação ou por contato, caso os devidos cuidados não sejam tomados. Por isso, existem os símbolos de risco, que mantêm o usuário informado sobre os danos que determinado material pode causar. A simbologia é descrita da seguinte forma:

- Facilmente inflamável/Extremamente inflamável (Figura 2a): os facilmente inflamáveis são as substâncias com ponto de inflamabilidade inferior a 21 °C. O extremamente inflamáveis são aqueles cujo ponto de inflamabilidade é inferior a 0 °C, e com ponto máximo de 35 °C. Ambos devem ser mantidos longe de fontes de calor, e não devem entrar em contato com o ar (DEBACHER; SPINELLI; NASCIMENTO, 2008).
- Tóxicos/Extremamente tóxicos (Figura 2b): podem causar efeitos carcinogênicos, alterações genéticas ou esterilidade; portanto, deve-se evitar a sua inalação, ingestão ou absorção através da pele (DEBACHER; SPINELLI; NASCIMENTO, 2008; OLIVEIRA, et al., 2007).
- Corrosivos (Figura 2c): Em contato com a pele, destroem o tecido vivo, bem como a roupa. Deve-se evitar o contato com a pele, olhos e roupas, bem como a inalação do mesmo (DEBACHER; SPINELLI; NASCIMENTO, 2008; OLIVEIRA, et al., 2007);

- Oxidantes (Figura 2d): Substâncias comburentes podem inflamar substâncias combustíveis ou acelerar a propagação de incêndio. Deve-se evitar o contato com produtos inflamáveis (DEBACHER; SPINELLI; NASCIMENTO, 2008; OLIVEIRA, et al., 2007);
- Nocivo Xn (Figura 2e): Em casos de intoxicação aguda, pode causar danos irreversíveis à saúde. Deve-se evitar contato com o corpo e a inalação de seus vapores (DEBACHER; SPINELLI; NASCIMENTO, 2008; OLIVEIRA, et al., 2007);
- Irritante Xi (Figura 2e): Indica substâncias que podem desenvolver uma ação irritante sobre a pele, olhos e vias respiratórias. Uma precaução é não inalar os seus vapores, e evitar o contato com a pele e os olhos (DEBACHER; SPINELLI; NASCIMENTO, 2008).
- Explosivo (Figura 2f): Este símbolo indica substâncias que podem explodir, sob determinadas condições. É recomendado evitar calor, atrito, choque, fricção e formação de faísca (DEBACHER; SPINELLI; NASCIMENTO, 2008; OLIVEIRA, et al., 2007).

Figura 2 – Símbolos de segurança de substâncias químicas: (a) Inflamável; (b) Tóxico; (c) Corrosivo; (d) Oxidante; (e) Nocivo-Irritante; (f) Explosivo



(a)



(b)



(c)



(d)



(e)



(f)

Fonte: ABNT (2000)

MANUSEIO DE PRODUTOS QUÍMICOS E GASES

É necessário que o manipulador tenha conhecimento dos possíveis riscos apresentados pelas substâncias. Os perigos podem ser parcialmente inativados mediante o uso de EPIs adequados, sendo que os mesmos protegem, mas não previnem acidentes (DEBACHER; SPINELLI; NASCIMENTO, 2008):

- Em caso de dúvida sobre as características de determinada substância química, deve-se utilizar as fichas de informação de segurança de produtos químicos (FISQP) para consulta, que devem estar disponíveis de forma impressa no laboratório. Estas fichas fornecem informações sobre os produtos químicos, referentes aos riscos que os mesmos podem proporcionar, e sobre a correta maneira de proceder quanto ao transporte, manuseio, armazenagem e ações de emergência dos mesmos (ABNT, 2010);
- Ao pipetar, utilizar a pera, principalmente se a substância a ser extraída do recipiente for um líquido cáustico ou venenoso. Ao ser guardada, a pera deve ser preenchida com ar, prolongando sua duração (DEBACHER; SPINELLI; NASCIMENTO, 2008);
- O usuário do laboratório deve manusear gases em locais bem ventilados, secos e resistentes ao fogo, bem como deve utilizar a proteção adequada (DEBACHER; SPINELLI; NASCIMENTO, 2008);
- Os cilindros dos gases devem estar protegidos da radiação e do calor, além de estarem sempre fechados, quando não estiverem em uso (DEBACHER; SPINELLI; NASCIMENTO, 2008);
- Os cilindros dos gases devem estar protegidos da radiação e do calor, além de estarem sempre fechados. O carregador deve transportar os cilindros somente com capacete. A válvula do cilindro deve ser mantida fechada após o uso. Os recipientes cheios e vazios devem ser separados e identificados (DEBACHER; SPINELLI; NASCIMENTO, 2008);
- Não utilizar óleos e graxas nas válvulas de gases oxidantes (DEBACHER; SPINELLI; NASCIMENTO, 2008).

TÉCNICAS DE AQUECIMENTO DE SUBSTÂNCIAS NO LABORATÓRIO

O aquecimento de substâncias voláteis e inflamáveis no laboratório deve ser feito adequadamente, pois oferece risco de incêndio (DEBACHER; SPINELLI; NASCIMENTO, 2008). Na sequência, são apresentadas algumas técnicas adequadas para este tipo de aquecimento:

- Para o aquecimento de substâncias a temperaturas inferiores a 100 °C, deve-se utilizar preferencialmente banho-maria ou banho a vapor. Para temperaturas superiores a 100 °C, banhos de óleos, até 220 °C, deve-se utilizar parafina aquecida, e, acima de 220 °C, banhos de areia, que são muito eficientes, porém apresentam um processo de resfriamento lento (DEBACHER; SPINELLI; NASCIMENTO, 2008);
- As mantas de aquecimento têm a característica de apresentar um aquecimento rápido e eficiente, podendo ser utilizadas como uma alternativa tão segura

quanto os banhos. Contudo, elas não são recomendadas para a destilação de produtos extremamente voláteis e inflamáveis, como o éter de petróleo ou, ainda, o éter etílico (DEBACHER; SPINELLI; NASCIMENTO, 2008);

- As chapas de aquecimento também podem ser empregadas, porém são indicadas somente para o aquecimento de solventes pouco voláteis e inflamáveis (DEBACHER; SPINELLI; NASCIMENTO, 2008).

LAVAGEM DE VIDRARIA

Ao término de uma determinação analítica, todo o material utilizado (peças, recipientes) deve ser submetido a um processo rigoroso de lavagem. O profissional que executou a análise deve fazer uma lavagem preliminar antes da limpeza final, evitando acidentes pelo desconhecimento da natureza dos resíduos contidos nos frascos, ou pela mistura com outros reagentes incompatíveis (IAL, 2008). Ao utilizar determinada concentração de algum reagente básico ou ácido, por exemplo, o mesmo deve ser neutralizado, eliminando o seu poder de reação, antes que seu recipiente seja encaminhado para a lavagem.

Cada laboratório deve reservar frascos com substâncias distintas de diferentes concentrações, para que, após o uso de determinado reagente, o mesmo possa ser neutralizado, e em seguida, encaminhado para a lavagem. No laboratório, essas substâncias devem ficar armazenadas dentro da capela de exaustão, sendo elas os ácidos (ácido clorídrico e sulfúrico) e as bases (hidróxido de sódio), além de outros reagentes.

Na análise para a determinação de fibras, por exemplo, após o ácido sulfúrico ser utilizado, é levado para a capela de exaustão, onde é neutralizado com uma base (hidróxido de sódio), podendo, em seguida, ser descartado na rede de esgoto (quando existente).

Mais detalhes sobre a limpeza de vidraria podem ser consultados no POP BRO02 – Limpeza de vidraria do Laboratório de Bromatologia.

TRATAMENTO DE RESÍDUOS

O manipulador deve conhecer o procedimento a ser adotado após o uso de determinadas substâncias que podem ser nocivas, se descartadas incorretamente. O usuário pode utilizar a classificação abaixo, para evitar acidentes relacionados ao descarte inadequado de um material (DEBACHER; SPINELLI; NASCIMENTO, 2008):

- Solventes e soluções de substâncias orgânicas que não contenham halogênios: flúor, cloro, bromo, iodo;
- Solventes e soluções que contenham halogênios;
- Resíduos sólidos orgânicos;

- Soluções salinas não tóxicas (pH entre 6 e 8);
- Inorgânicos tóxicos: metais pesados, cátions, ânions, etc.;
- Metais nobres: ouro, prata, platina;
- Resíduos sólidos inorgânicos;
- Sólidos combustíveis tóxicos;
- Soluções contendo cianetos e derivados.
- O descarte correto das classes de substâncias citadas acima pode ser feito conforme descrito a seguir (DEBACHER; SPINELLI; NASCIMENTO, 2008):
- Solventes orgânicos halogenados e não halogenados: devem ser armazenados separadamente, e recomenda-se fazer a incineração deste material para o seu descarte.
- Resíduos orgânicos: quando possível, devem ser recuperados por destilação fracionada. Se o método não funcionar, deverão ser incinerados em fornos especiais. Solventes como acetonitrila podem formar HCN ao serem incinerados, exigindo a degradação por hidrólise básica antes da queima.
- Metais pesados, cátions, ânions, em meio aquoso: todos os resíduos desta natureza devem ser armazenados em bombonas de 20 L.
- Certas substâncias não podem ser misturadas no armazenamento, pois podem reagir entre si e formar um produto forte. Um exemplo do armazenamento inadequado de duas substâncias em um mesmo local, é a mistura do cloro (ânion) e do hidrogênio (cátion), que, ao reagirem entre si, resultam no ácido clorídrico, altamente corrosivo. Outro caso é a mistura de cloro e de sódio, que, ao reagirem, formam o cloreto de sódio, que, apesar de não ser tóxico ou inflamável, exige que o manipulador realize a sua separação, em caso de reutilização.

A seguir, são apresentadas três etapas para o tratamento destas substâncias, com o objetivo de inativar o poder de reação entre elas:

1. Adicionar excesso de soda cáustica e cal virgem sobre a mistura, e deixar decantar;
 2. Por sifonagem, separar o precipitado do sobrenadante;
 3. O precipitado deve ser armazenado em caixas adequadas e disposto em aterro licenciado.
- Ácidos e bases: Devem ser neutralizados no laboratório por profissionais. Após a neutralização, o material poderá ser descartado em uma rede de esgoto (quando existente).

- Resíduos contendo cianeto: Deve-se misturar com o mesmo volume de água, e, em seguida, adicionar 1 g de NaOH para cada 100 mL de solução, além de hipoclorito de sódio.

VAZAMENTO / DERRAMAMENTO

Se ocorrer o vazamento de alguma substância, antes de tomar qualquer providência, o manipulador deve ter conhecimento do produto. Se for um sólido inflamável, tóxico ou corrosivo, devem-se seguir as regras descritas abaixo (DEBACHER; SPINELLI; NASCIMENTO, 2008):

- Usar o EPI adequado (botas, luvas, máscara e jaleco). O usuário deve saber a luva e as máscaras adequadas a serem usadas para a atividade a ser desenvolvida (tabelas de luvas e resistência química disponíveis nos Apêndices 2 a 5);
- Evitar caminhar sobre o produto;
- Afastar materiais combustíveis (gasolina, álcool, diesel);
- Recolher o material com pá (não tocar o produto com as mãos);
- Quando aplicável, devem ser utilizados métodos de neutralização da substância, mediante a adição de um componente que inative o outro, reduzindo os riscos associados à substância. Um exemplo é o caso da neutralização de ácidos, mediante adição de uma base de determinada concentração (ácido clorídrico adicionado a hidróxido de sódio, por exemplo). As concentrações corretas, para tornar as substâncias sem poder de reação, devem ser previamente consultadas.

No caso de a substância ser um gás inflamável (DEBACHER; SPINELLI; NASCIMENTO, 2008), deve-se proceder conforme segue:

- Usar o EPI adequado (botas, luvas, máscara e jaleco);
- Isolar a área até que o gás (acetileno, amônia, etano, etc.) tenha se dissipado;
- Utilizar neblina de água para desativar ou reduzir a nuvem de gás, como no caso da amônia (gás), que resulta em hidróxido de amônio, o qual, por sua vez, é uma base fraca, apesar de causar danos à saúde no caso de inalação.

No caso de acidentes com líquidos inflamáveis, tóxicos ou corrosivos (DEBACHER; SPINELLI; NASCIMENTO, 2008), deve-se:

- Isolar a área;
- Eliminar todas as fontes de ignição, e aterrar os equipamentos usados;
- Absorver o material com areia ou material não combustível;
- Fazer o correto descarte da substância (o descarte adequado dos resíduos deve ser consultado).

Para a manipulação de substâncias oxidantes que sofreram derramamento (DEBACHER; SPINELLI; NASCIMENTO, 2008), deve-se:

- Utilizar o EPI adequado (botas, luvas, máscara e jaleco);
- Isolar a área e evitar o espalhamento do material;
- Absorver o material com areia seca ou material não combustível;
- Realizar o correto descarte da substância;
- Reduzir hipocloritos, cloratos, bromatos, iodatos, periodatos, entre outros, por exemplo, a hipossulfito de sódio, e destruir seu excesso com peróxido de hidrogênio, podendo, em seguida, descartar o produto na pia (UNICAMP, 2005).

No caso de substâncias que reagem com água (DEBACHER; SPINELLI; NASCIMENTO, 2008), deve-se:

- Tomar cuidado ao se utilizar cloreto de acetila, peróxidos metálicos, fosfato de alumínio, fosfatos metálicos, carboneto de cálcio, óxido de sódio, lítio, entre outros. O acetileno, por exemplo, ao entrar em contato com água, produz cloreto de hidrogênio (ácido clorídrico), considerado altamente forte;
- Fazer o uso do EPI correto (botas, luvas, máscara e jaleco);
- Isolar a área e evitar o espalhamento da substância;
- Absorver o material com areia seca ou material não combustível;
- Descartar corretamente a substância.

Se o material derramado for um ácido, o seu poder de reação pode ser inativado, utilizando substâncias específicas (DEBACHER; SPINELLI; NASCIMENTO, 2008), conforme descrito a seguir:

- Ácido sulfúrico: pode ser neutralizado com carbonato ou bicarbonato de sódio em pó;
- Ácido clorídrico: a amônia, em contato com éter ácido, produz o cloreto de amônia.

Outro ponto a ser observado é a existência de rotas de fuga no local. No Laboratório de Bromatologia, há a porta principal de entrada, e uma porta lateral, com acesso a uma sala de reagentes que tem ligação com outro laboratório, e que pode ser utilizada como saída de emergência (Apêndice 1).

PRIMEIROS SOCORROS

Ao ocorrer um acidente no laboratório, o manipulador deve manter a calma e agir de forma que minimize o problema ocorrido. No caso de um indivíduo se ferir, seguem-se etapas de socorro até a chegada de profissionais ao local (CARDOSO, 2003):

1. Manter a calma, evitar pânico e assumir a situação;
2. Avaliar a cena do acidente e observar se a mesma pode oferecer riscos para o acidentado ou para o socorrista. Os circundantes devem ser educadamente afastados da vítima, para preservar a sua integridade física e moral;
3. Deve-se obter a colaboração de outras pessoas, dando ordens claras e concisas. Pode-se atribuir tarefas como, por exemplo, contatar o atendimento de emergência, buscar material (talas, gaze) para auxiliar no atendimento, e avisar a polícia, se necessário;
4. Qualquer ferimento ou doença súbita irá modificar o ritmo da vida do acidentado, colocando-o repentinamente em uma situação para a qual não está preparado e que foge a seu controle. Suas reações e comportamentos são diferentes do normal, e ele não estará apto para avaliar as próprias condições de saúde e as consequências do acidente. O acidentado necessita de alguém que o ajude, e que aja de maneira tranquila e hábil, de maneira que a vítima sinta que está sendo bem cuidada, não entrando, portanto, em pânico;
5. JAMAIS SE EXPOR A RISCOS. Utilizar luvas descartáveis e evitar o contato direto com sangue, secreções, excreções ou outros líquidos, para evitar a transmissão de algumas doenças;
6. Tranquilizar a vítima. Em todo o atendimento ao acidentado consciente, comunicar o que será feito antes de executar o procedimento, para transmitir-lhe confiança, evitando o medo e a ansiedade;
7. Quando a vítima tiver sofrido um choque violento, deve-se pressupor a existência de uma lesão interna. As vítimas de trauma requerem técnicas específicas de manipulação, pois qualquer movimento errado pode piorar o seu estado. Recomenda-se que as vítimas de trauma não sejam movidas até a chegada de profissionais ao local;
8. Só retirar o acidentado do local, se este causar risco de vida para o mesmo ou para o socorrista (no caso de haver, por exemplo, risco de explosão, gases inflamáveis circulando o local, líquidos perigosos presentes);
9. A vítima não deve ingerir líquidos, mesmo que tenha sede. Se necessário, deve-se somente molhar sua boca com água;
10. Cobrir a vítima para conservar o corpo quente e protegê-lo do frio;
11. Em caso de óbito, serão necessárias testemunhas do ocorrido, deve-se chamar a polícia e registrar um boletim de ocorrência.

No Laboratório de Bromatologia de Alimentos, há uma caixa de primeiros socorros, contendo material a ser utilizado no caso de acidentes envolvendo cortes, queimaduras e outros acidentes, para que o indivíduo tenha um suporte até que a emergência chegue.

REFERÊNCIAS

ANDRADE, M. Z. **Segurança em laboratórios químicos e biotecnológicos**. Caxias do Sul, RS: Educs, 2008.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). **NBR 7500 - Símbolos de risco e manuseio para o transporte e armazenamento de materiais**. Rio de Janeiro: ABNT, 2000.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). **NBR 14725-4 – Produtos químicos – Informações sobre segurança, saúde e meio ambiente Parte 4: Ficha de informações de segurança de produtos químicos (FISQP)**. Rio de Janeiro: ABNT, (2010).

BRASIL. Ministério do Planejamento, orçamento e gestão. Estabelece orientações básicas sobre a Norma Operacional de Saúde do Servidor - NOSS aos órgãos e entidades do Sistema de Pessoal Civil da Administração Pública Federal - SIPEC, com o objetivo de definir diretrizes gerais para implementação das ações de vigilância aos ambientes e processos de trabalho e promoção à saúde do servidor. Portaria n. 3, de 7 de maio de 2010.

CARDOSO, T. A. O. **Manual de Primeiros Socorros**, 2003. Disponível em: www.fiocruz.br/biosseguranca/Bis/manuais/biosseguranca/manualdeprimeirosocorros.pdf. Acesso em 28 de março de 2014.

CHAMBEL, S. **Segurança no Laboratório**. 2005. Disponível em: http://www.ideiasambientais.com.pt/seguranca_laboratorio.html. Acesso em 28 de março de 2014.

DEBACHER, N. A.; SPINELLI, A.; NASCIMENTO, M. G.. **Manual de regras básicas de segurança para laboratórios de química, gerenciamento e procedimentos para disposição final**. Universidade Federal de Santa Catarina, Departamento de Química, 2008.

FUNDAÇÃO OSVALDO CRUZ. **Fogo**. Disponível em http://www.fiocruz.br/biosseguranca/Bis/lab_virtual/fogo.html. Rio de Janeiro: FIOCRUZ, 2015. Acesso em 28 de maio de 2015.

GARCIA, R. **Apostila - Proteção Contra Incêndios**. 2014. Disponível em: <http://www.cimi.com.br/Site/apostila1.htm>. Acesso em 14 de março de 2014.

IAL (INSTITUTO ADOLFO LUTZ). **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. 4.ed. São Paulo: IAL, 2008. 1018p.

OLIVEIRA, C. M. E et al., **Guia de Laboratório para o Ensino de Química: instalação, montagem e operação**. São Paulo: CRQ – IV, 2007.

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS. **Normas de Gerenciamento de Resíduos Químicos do Instituto de Química da UNICAMP**, 2005. Disponível em: www.iqm.unicamp.br/csea/docs/normas/normasResiduos.pdf. Acesso em 28 de março de 2014.


UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS. Instituto de Química. **Tabela de luvas**. Disponível em: <http://www.iqm.unicamp.br/seguran%C3%A7a-e-meio-ambiente/manuais-normas-e-fispq>. Acesso em 23 de setembro de 2013.

APÊNDICES

APÊNDICE 1 – *Layout* simplificado do Laboratório de Bromatologia de Alimentos do Instituto Federal Catarinense *Campus* Concórdia.



APÊNDICE 2 – Tipo de luva e cor correspondente, para uso em laboratório químico.

Cor	Tipo Luva
	Látex Natural
	Neoprene
	Nitrila
	Vinil (PVC)

Fonte: Adaptado de UNICAMP (2013).

APÊNDICE 3 – Indicações gerais do tipo de agressão para a seleção de matéria-prima das luvas, para uso em laboratório químico.

Tipo de agressão	Quanto mais longa a linha colorida maior a resistência da matéria ao tipo de agressão			
Elasticidade e flexibilidade				
Abrasão				
Corte				
Rasgo				
Perfuração				
Oleos e graxas				
Hidrocarbonetos				
Ácidos				
Bases				
Desinfetantes				
Solventes não cetônicos				
Solventes cetônicos				
Solventes aromáticos				
Solventes clorados				
Acetatos				
Éter glicóis				
Lixívia, detergentes				

Fonte: Adaptado de UNICAMP (2013).

APÊNDICE 4 – Guia para uso de luvas em laboratório químico.

Certifique-se que suas mãos estejam limpas e secas antes de calçar as luvas.



Ao calçar a luva dobre os punhos evita que produtos químicos escorram para os braços e não use o mesmo par de luvas por um período muito prolongado



Caso não sejam luvas descartáveis, lave-as antes de retirá-las



Ao retirar as luvas, não tocar na superfície externa da luva, para isso vire os punhos e retire-a ao avesso. Não reutilize luvas danificadas ou contaminadas



Aplique um creme hidratante após retirar as luvas no final do dia



Fonte: Adaptado de UNICAMP (2013)

APÊNDICE 5 – Tabela de resistência química de luvas.

Reagente				
Acetato de amônio	++	++	++	++
Acetato de butila	●	▲	+	●
Acetato etílico	●	▲	▲	●
Acetato de vinil	●	▲	▲	●
Acetona	+	+	●	●
Ácido acético anidrido a 50%	++	++	++	++
Ácido acético glacial	+	++	++	▲
Ácido clorídrico a 30% e a 5%	++	++	++	+
Ácido crômico	●	●	+	+
Ácido cítrico	++	++	++	++
Ácido fluorídrico a 30%	+	++	++	+
Ácido fênico	▲	+	+	+
Ácido fórmico a 90%	●	+	▲	▲
Ácido láctico a 85%	+	++	++	++
Ácido nítrico a 20%	++	++	+	+
Ácido oleico	+	++	++	+
Ácido oxálico	++	++	++	++
Ácido fosfórico a 75%	++	++	++	++
Ácido sulfúrico concentrado	●	▲	●	+
Ácido sulfúrico diluído	++	++	++	++
Adubos	++	++	++	++
Água sanitária	+	++	+	+
Água oxigenada	▲	++	++	●
Água-régia	●	+	▲	▲
Álcool amílico	++	++	++	++
Álcool benzílico	▲	+	+	+
Álcool butílico/n-butanol	+	++	++	++
Álcool diacetônico	++	++	+	●
Álcool etílico/etanol	+	++	++	++

Reagente				
Álcool oetílico	+++	+++	++	+++
Aldeído acético (ou acetaldeído)	+	+	●	●
Aldeído benzoico	▲	●	▲	●
Aldeído fórmico a 30%	+	+	+	+
Amoníaco concentrado	+++	+++	++	+++
Anilina	+++	+++	●	▲
Asfalto	●	▲	++	●
Benzeno	●	●	▲	●
Bicarbonato de potássio	+++	+++	++	+++
Bicarbonato de sódio	+++	+++	++	+++
Bicromato de potássio	▲	+++	++	+++
Bissulfito de sódio	+++	+++	++	+++
Bórax	+++	+++	++	+++
Brometos	+++	+++	++	●
Butoxietanol	+++	+++	++	+
Cal extinta	+++	+++	++	+++
Cal viva	+++	+++	++	+++
Carbonato de amônio	+++	+++	++	+++
Carbonato de potássio	+++	+++	++	+++
Carbonato de sódio	+++	+++	++	+++
Cianeto de potássio	+++	+++	++	+++
Ciclohexano	●	+	++	▲
Ciclohexanol	+++	+++	++	+++
Ciclohexanona	▲	▲	●	●
Cloreto de amônio	+++	+++	++	+++
Cloreto de cálcio	+++	+++	++	+++
Cloreto de metileno	●	▲	▲	
Cloreto de potássio	+++	+++	++	+++
Cloreto de sódio	+++	+++	++	+++

Reagente				
Cloro	●	+++	+++	+++
Cloroacetona	++	+++	●	●
Clorofórmio	●	●	▲	●
Creosoto	▲	+++	+++	+++
Cresol	+	+++	+++	+
Detergentes domésticos	++	+++	+	+++
Dibutilftalato	+	+	+++	●
Dicloroetano	●	●	▲	●
Dietanolamina	++	+++	+++	+++
Diluyente	●	+++	+	▲
Diocetilftalato	+	+++	+++	●
Estireno	●	▲	▲	●
Éter de petróleo	●	+	+++	●
Éter dibutílico	●	▲	●	●
Etilamina	▲	+	+++	▲
Etilanilina	▲	+++	+++	▲
Etilenoglicol	++	+++	+++	+++
2 Etoxi-etanol	+	+++	+++	▲
2 Etoxi-etilacetato	▲	+++	+	●
Fixadores	++	+++	+++	+++
Fluídos hidráulicos (ésteres)	++	+++	+++	▲
Fluoretos	++	+++	+++	+++
Formol/aldeído fórmico	++	+++	+++	+++
Fosfatos de cálcio	++	+++	+++	+++
Fosfatos de potássio	++	+++	+++	+++
Fosfatos de sódio	++	+++	+++	+++
Furol/furturol/aldeído furânico	++	+++	●	●
Gordura animal	▲	+++	+++	●
Gordura vegetal	●	+++	+++	▲

Reagente				
Glicerina	++	++	++	++
Glicóis	++	++	++	++
Gordura animal	▲	++	++	●
Gordura vegetal	●	++	++	▲
Herbicidas	++	++	++	++
Hexano	●	+	++	▲
Hidróxido de cálcio	++	++	++	++
Hipoclorito de cálcio	++	++	++	++
Hipoclorito de sódio	++	++	++	++
Isobutilcetona	++	++	●	●
Leite e laticínios	▲	++	++	●
Lixívia em pó	++	++	++	+
Magnésia	++	++	++	++
2 Metoxietanol	+	++	++	▲
Metilamina	+	++	++	++
Metilanilina	▲	▲	++	++
Metiletacetona	+	+	●	●
Metilisobutilcetona	▲	▲	●	●
Monoclorobenzeno	●	▲	▲	●
Monoetanolamina	++	++	++	++
Nafta	●	+	++	▲
Naftaleno	●	+	+	▲
Nitrato de amônio	++	++	++	++
Nitrato de cálcio	++	++	++	++
Nitrato de potássio	++	++	++	++
Nitrato de sódio	++	++	++	++
Nitrobenzeno	▲	▲	●	●
Nitropropano	++	+	▲	●

Reagente				
Óleo de amendoim	●	+++	++	▲
Óleo de corte	●	+++	++	+++
Óleo de linho	●	+++	++	▲
Óleo de oliva	●	+++	++	▲
Óleos de parafina	●	▲	++	▲
Óleo de pinheiro	●	▲	++	▲
Óleo de rícino	●	+++	++	●
Óleo de soja	●	+++	++	▲
Óleo de terebintina	●	▲	++	▲
Óleos de freio (lookheed)	▲	+++	++	▲
Óleos de lubrificação	●	▲	++	▲
Óleo diesel	●	▲	++	▲
Óleos hidráulicos (petróleo)	●	▲	++	▲
Óleos minerais	●	▲	++	▲
Óleos para turbinas	●	▲	++	▲
Peixes e crustáceos	▲	+++	++	▲
Percloretileno	●	▲	+	●
Perfumes e essências	+++	+++	++	+++
Permanganato de potássio	+++	+++	+	+++
Potássio em flocos	+++	+++	+	+++
Potássio em líxivia concentrada	+++	+++	++	+++
Produtos capilares para permanentes	+++	+++	++	+++
Produtos derivados de petróleo	●	▲	+	▲
Querosene	●	+	++	+
Resinas de poliéster	●	▲	+	▲
Silicatos	+++	+++	++	+++
Soda em flocos	+++	+++	▲	▲
Soda em líxivia concentrada	+++	+++	▲	▲

Reagente				
Sulfato de potássio	++	++	++	++
Sulfato de sódio	++	++	++	++
Sulfato de zinco	++	++	++	++
Sulfitos, bissulfitos, hipossulfitos	++	++	++	++
Tetracloroeto de carbono	●	▲	+	▲
Tetrahidrofurano (THF)	▲	▲	●	●
Tinta PVA	++	++	++	++
Tinta gliceroftálica	●	▲	++	▲
Tintura (para cabelos)	++	++	++	++
Tolueno	●	▲	+	▲
Tributilfosfato	▲	++	++	▲
Tricloretileno	●	▲	▲	●
Trietanolamina a 85%	++	++	++	++
Trifenilfosfato	▲	++	++	▲
Trinitrobenzeno	●	▲	+	▲
Trinitrotolueno	●	▲	+	▲
Vinagre	++	++	++	++
Xileno	●	▲	++	▲
Xilobenzeno	●	▲	++	▲

Legenda

Látex	Neoprene	Nitrila	Vinil (PVC)
++ Excelente	+ Bom	● Desaconselhado	▲ Médio

++	Excelente	A luva pode ser mantida em contato prolongado com o produto químico (dentro dos limites do tempo máximo de imersão).
+	Bom	A luva pode ser mantida em contato intermitente com o produto químico (sendo a duração total do contato inferior ao tempo máximo de imersão).
●	Desaconselhado	Não se recomenda este tipo de luva.
▲	Médio	A luva pode ser utilizada como proteção contra respingos do produto químico

Fonte: adaptado de UNICAMP (2013).

POP Nº
BRO02

Revisão
29/04/2014

Elaborado por: **Fernanda Frozza e Luana Gonçalves**
Aprovado por: **Andréia Dalla Rosa, Giniani C. Dors, Maria Manuela C. Feltes**

2.3 POP LIMPEZA DE VIDRARIA DO LABORATÓRIO DE BROMATOLOGIA

SUMÁRIO

Introdução	95
Preparo de soluções	96
Solução sulfonítrica	96
Solução etanólica de hidróxido de potássio	96
Procedimento de limpeza da vidraria antes do primeiro uso	96
Procedimento de limpeza da vidraria em geral	97
Procedimento de limpeza de vidraria contendo resíduos de gordura.	98
Referências	99
Apêndice.	100

INTRODUÇÃO

A correta lavagem da vidraria do laboratório é de extrema importância. Toda vidraria e/ou equipamento que não estiverem devidamente limpos acarretarão em consideráveis perdas de tempo, de trabalho e de reagentes, pois as sujidades podem alterar os resultados das análises (WAISER CIENTÍFICA, 2012).

Toda vidraria deve estar absolutamente livre de gorduras ou outro tipo de material contaminante, interferente, pois estes evitam que as paredes do vidro fiquem uniformemente molhadas e isto, por sua vez, altera o volume residual que fica aderido às paredes do vidro, afetando o volume. Além disso, em pipetas e buretas, o menisco sofrerá distorções e ajustes não poderão ser feitos (WAISER CIENTÍFICA, 2012).

Deve-se tomar muito cuidado ao higienizar a vidraria para não riscá-la, trincá-la ou quebrá-la. Qualquer risco no vidro o tornará mais propenso a quebras (WAISER CIENTÍFICA, 2012).

No momento do enxágue, a remoção de todo e qualquer resíduo de detergente ou outro produto de limpeza faz-se absolutamente necessária, pois leves traços destas substâncias irão interferir nas reações analíticas (WAISER CIENTÍFICA, 2012).

PREPARO DE SOLUÇÕES

SOLUÇÃO SULFONÍTRICA

H₂SO₄ concentrado e HNO₃ concentrado 1:3 (v/v)

Misturar 250 mL de ácido sulfúrico concentrado a 750 mL de ácido nítrico (d: 1,2 g mL⁻¹);

ATENÇÃO! O ácido sulfúrico deve ser manuseado com extrema precaução, por ser um agente corrosivo que provoca queimaduras na pele. Para tanto, a solução deve ser preparada em capela, utilizando-se luvas, jaleco e óculos de proteção!

SOLUÇÃO ETANÓLICA DE HIDRÓXIDO DE POTÁSSIO

NOTA: Usada para limpeza de vidraria contendo lipídios!

ATENÇÃO! A solução etanólica de hidróxido de potássio deve ser manuseada com extrema precaução, por se tratar de um agente irritante. Por isso, deve-se utilizar luvas, jaleco e óculos de proteção.

1. Pesar 50 g de KOH (hidróxido de potássio) e transferir para um béquer plástico de 1000 mL;
2. Completar para 100 mL com etanol 95% (comercial);
3. Deixar o béquer em banho de gelo e manter sob agitação vigorosa até a completa dissolução do KOH;
4. Armazenar em frasco plástico, rotulado “Solução Etanólica de Hidróxido de Potássio para limpeza de vidraria contendo lipídios” (Modelo de rótulo na Figura 1 do Apêndice).

ATENÇÃO! Não descartar a solução de lavagem na pia!

Após o uso, GUARDAR A SOLUÇÃO em um frasco plástico com o rótulo contendo os dizeres “Solução Etanólica de Hidróxido de Potássio para lavagem de vidraria contendo lipídios” (Modelo de rótulo na Figura 1 do Apêndice) e reaproveitá-la enquanto observar eficácia na remoção de resíduos! Quando observar ineficácia na lavagem, colocar a solução em um frasco plástico com o rótulo “Descarte de Solução Etanólica de Hidróxido de Potássio” (Modelo de rótulo na Figura 2 do Apêndice).

PROCEDIMENTO DE LIMPEZA DA VIDRARIA ANTES DO PRIMEIRO USO

1. Material novo deve ser lavado antes do uso, pois é levemente alcalino e pode interferir no momento do uso (reação química, por exemplo);
2. Deve-se vestir o jaleco, as luvas e os óculos de proteção;

3. Deve-se realizar o enxágue, mergulhando o material em uma solução ácida 0,01 mol L⁻¹ de ácido cítrico;
4. Deve-se fazer posterior enxágue conforme descrito no item “Procedimento de limpeza da vidraria em geral” do presente POP.

PROCEDIMENTO DE LIMPEZA DA VIDRARIA EM GERAL

1. Vestir o jaleco, as luvas e, se necessário, os óculos de proteção;
2. Descartar adequadamente as sobras do material de análise;
3. Enxaguar previamente a vidraria com água corrente;
4. Lavar com esponja dupla face e detergente (ou sabão líquido neutro);
NOTA: Deve-se utilizar a parte macia da esponja. Deve-se tomar cuidado para não forçar muito a esponja sobre a vidraria, para não quebrá-la, nem arranhá-la.
5. Para recipientes mais sujos, deixar de molho *overnight* com solução adequada para a remoção das sujidades;
NOTA: Utilizar água e detergente para a limpeza de sujidades mais leves, ou solução sulfonítrica para a remoção de resíduos orgânicos incrustados.
6. Se necessário, esfregar as partes do recipiente com uma escova. Existem escovas de diferentes tamanhos para se adaptarem a tubos de ensaio, buretas, funis, frascos graduados, etc. (Ver POP nº BRO01 - Vidraria, Utensílios e Equipamentos do Laboratório de Bromatologia);
7. Depois de lavar, enxaguar o material de vidro com água corrente por diversas vezes. Na última lavagem, enxaguar com água destilada. Quando tubos de ensaio, pipetas, frascos graduados e similares forem enxaguados com água corrente, deve-se deixá-la correr pelas partes interna e externa do recipiente por um determinado período de tempo, para garantir que o detergente seja eliminado totalmente; depois, deve-se realizar o enxágue com água destilada;
8. Deixar o material secar nos suportes adequados ou em estufa, sendo que vidraria como balão volumétrico, pipetas graduadas e volumétricas, buretas, provetas e picnômetros não devem ser secos a altas temperaturas. Para informações complementares, ver POP nº BRO01 - Vidraria, Utensílios e Equipamentos do Laboratório de Bromatologia;
9. Inspeção visual: a vidraria lavada e seca deverá ser observada contra a luz para detectar depósitos de reagentes ou detergentes, rachaduras e quebras. Caso apresentem sinais de depósitos de sujidades, a lavagem deverá ser refeita segundo o procedimento já descrito; apresentando rachaduras ou quebras, deve ser descartada em local próprio para vidraria quebrada.

CONSIDERAÇÕES:

Se necessário, na presença de resíduos incrustados de matéria orgânica, deve-se utilizar Solução Sulfonítrica, agitando e deixando reagir por 15 a 30 min. Após o tempo de reação, descartar a solução em recipiente de vidro com o rótulo “Descarte de solução sulfonítrica” (Modelo de rótulo disponível na Figura 2 do Apêndice).

PROCEDIMENTO DE LIMPEZA DE VIDRARIA CONTENDO RESÍDUOS DE GORDURA

ATENÇÃO! Antes de iniciar o procedimento, vestir jaleco e luvas e, se necessário, usar óculos de proteção!

1. Descartar, em local adequado (recipiente para resíduos), os resíduos da vidraria a ser limpa;
2. Borrifar o material com a solução etanólica de hidróxido de potássio concentrada, específica para limpeza de lipídios, e deixar agir por 5 min;
3. Após o período em que a vidraria ficar de repouso, transferir a solução e os resíduos de gordura para um frasco plástico com o rótulo “Solução Etanólica de Hidróxido de Potássio para lavagem de vidraria com gordura” para posterior descarte;
4. Enxaguar a vidraria com água corrente morna em abundância;
5. Borrifar a vidraria com solução $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ de ácido clorídrico para neutralização;
6. Enxaguar a vidraria com água corrente em abundância e realizar normalmente a lavagem;

NOTA: No último enxágue, utilizar água destilada.

7. Deixar a vidraria secar em suportes adequados ou em estufa, sendo que vidraria como balão volumétrico, pipetas graduadas e volumétricas, buretas, provetas e picnômetros não devem ser secos em estufas;
8. Fazer inspeção visual: a vidraria lavada e seca deverá ser observada contra a luz para detectar depósitos de reagentes ou detergentes, rachaduras e quebras. Caso o material apresente sinais de depósito, a lavagem deverá ser reprocessada segundo o procedimento já descrito; apresentando rachaduras ou quebras, a vidraria deve ser descartada em local próprio para vidraria quebrada.

REFERÊNCIAS

CÉ, A. M. **Adequação de normas de segurança em laboratório de química.** Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Tecnologia em Alimentos). Concórdia: IFC, 2012. 62p.

MORITA, T.; ASSUMPÇÃO, R. **Manual de Soluções, Reagentes & Solventes: padronização, preparação e purificação.** 2.ed. São Paulo: Edgard Blücher, 2008. p 17.

PROGRAMA DE COLETA SELETIVA DE RESÍDUOS QUÍMICOS E COMUNS DO IMA: **Procedimento de lavagem de vidraria.** Disponível em www.ima.ufrj.br/coleta/index/downloads/descartesia.pdf. Acesso em 23 de outubro de 2012.

UNESP. **Limpeza e Manuseio- Vidrarias e equipamentos.** Profa. Dra. Márcia Justino Rossini Mutton FCAV/UNESP – Departamento de Tecnologia. Disponível em: www.stab.org.br. Acesso em 23 de outubro de 2012.

WAISER CIENTÍFICA LTDA. **Vidro para Laboratório.** Disponível em www.waiser.com.br/vidraria/manual.pdf. Acesso em 23 de outubro de 2012.

APÊNDICE

Figura 1 – Modelos de rótulos para a identificação de soluções.


<p>Data: XXX/XXX/XXXX Responsável: XXXXX</p> <p>Classificação: Não tóxico.</p>	<p>Solução indicadora de amido</p> <p>Índice de Peróxido conforme AOCS Cd 80-90 Cd 8-53</p>
<p>Data: XXX/XXX/XXXX Responsável: XXXXX</p> <p>Classificação: Irritante corrosivo.</p> 	<p>Solução aquosa de NaOH 0,1 mol/L</p>

Figura 2 – Modelo padrão de rótulo para a identificação de recipiente para descarte de ácidos ou bases.

<p>Encher no máximo até aqui</p>
<p>AB</p>
<p>ÁCIDOS OU BASES</p>
<p>DATA DE INÍCIO DA COLETA: DATA DO TÉRMINO DA COLETA:</p>
<p>Laboratório de Bromatologia</p>

3. ANÁLISES BROMATOLÓGICAS DE ALIMENTOS

3.1 POP PREPARO DE AMOSTRAS

3.2 POP DETERMINAÇÃO DE UMIDADE

3.3 POP DETERMINAÇÃO DE CINZAS

3.4 POP DETERMINAÇÃO DE PROTEÍNAS PELO MÉTODO DE KJELDAHL

3.5 POP DETERMINAÇÃO DE LIPÍDIOS POR SOXHLET

3.6 POP DETERMINAÇÃO DE LIPÍDIOS PELA TÉCNICA DE BLIGH & DYER

3.7 POP DETERMINAÇÃO DE FIBRA BRUTA CONFORME MÉTODO Ba 6a-05 DA AOAC

Os nutrientes são substâncias que compõem os alimentos, sendo encontrados em diferentes quantidades e possuindo funções variadas no organismo (OLIVEIRA; MARCHINI, 2008). A composição centesimal de um alimento é conhecida através da determinação dos teores de umidade, cinzas (resíduo mineral fixo), lipídios (extrato etéreo), proteínas, fibras e carboidratos, com a expressão dos resultados na proporção dos componentes contidos em 100 g do produto (MORETTO et al, 2008).

A água contida nos alimentos pode encontrar-se nas formas livre e ligada. A água livre não se encontra ligada a nenhuma estrutura molecular dentro da célula. Ela compõe a maior fração de água existente nos alimentos, e a sua determinação é relativamente fácil pela maioria dos métodos existentes. As cinzas de um alimento são os resíduos inorgânicos que permanecem após a queima da matéria orgânica que é transformada em CO_2 , H_2O e NO_2 (CECCHI, 2003).

Os métodos rotineiros para a determinação quantitativa de lipídios baseiam-se na extração intermitente da fração lipídica por meio de um solvente orgânico (MORETTO, et al, 2008). É uma determinação importante em estudos bioquímicos, fisiológicos e nutricionais dos mais diversos tipos de alimentos e, portanto, deve ser realizada com acurácia. Algumas amostras requerem cuidados especiais para a obtenção da fração lipídica, pois fatores como a co-extração dos componentes não lipídicos e a oxidação indesejada podem influenciar a qualidade final da fração obtida (BRUM; ARRUDA, 2009).

As proteínas são compostos altamente polimerizados formados por aminoácidos, podendo estar unidas a componentes não proteicos denominados protídeos (MATISSEK et al, 1998). No método de Kjeldahl para a determinação de proteínas, o teor de proteína bruta é determinado através do seu teor em nitrogênio orgânico total, isto é, o N proteico e não proteico orgânico, sendo este multiplicado pelo fator de proporção de uma proteína em particular (CECCHI, 2003; MORETTO, et al, 2008).

A fibra é composta de materiais que não são digeríveis pelo organismo humano e animal. Este componente não tem valor nutritivo, mas fornece a ferramenta necessária para os movimentos peristálticos do intestino. As fibras são insolúveis em ácido e em base diluídos em condições específicas (CECCHI, 2003, DAMODARAN, 2010). Hoje, existem diversas metodologias para a análise de fibras, porém nenhuma é totalmente satisfatória (CECCHI, 2003; MORETTO, 2008; VICENZI, 2012), porém muitos laboratórios utilizam, nas aulas práticas, as técnicas de determinação de fibra bruta, obtida através da extração ácida e alcalina (CECCHI, 2003).

Os alimentos apresentam uma constituição orgânica complexa, razão pela qual, muitas vezes, são considerados matrizes de difícil manipulação. O analista de alimentos deverá, portanto, estar devidamente treinado para a execução da análise. Dentre os requisitos essenciais para evidenciar a qualidade de um trabalho laboratorial, a escolha adequada da metodologia analítica é de grande relevância. Neste sentido, a operacionalidade de um processo que possibilite a sua execução sempre de uma mesma forma, permitirá a verificação de cada uma de suas etapas, obtendo-se resultados confiáveis. Em razão dos avanços tecnológicos na ciência dos alimentos, tanto nos aspectos toxicológicos como naqueles de identidade e qualidade dos produtos, torna-se imperativa a necessidade da modernização e a contínua atualização dos métodos analíticos (IAL, 2008).

REFERÊNCIAS

BRUM, S.A.A., ARRUDA, F.L. **Métodos de extração e qualidade da fração lipídica de matérias-primas de origem animal e vegetal.** Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2009.

CECCHI, H. M. **Fundamentos teóricos e práticos em análise de alimentos.** 2.ed. Campinas: UNICAMP, 2003.

DAMORADAN, S. **Química dos alimentos.** Porto Alegre: Artmed, 2010.

EVANGELISTA, J. **Alimentos:** um estudo abrangente: nutrição, utilização, alimentos especiais e irradiados, coadjuvantes, contaminação, interações. São Paulo: Atheneu, 2006.

IAL (INSTITUTO ADOLFO LUTZ). **Métodos físico-químicos para análise de alimentos.** 4.ed. São Paulo: IAL, 2008. 1018p.

MORETTO, E. et al. **Introdução à Ciência de Alimentos.** 2.ed. Florianópolis: UFSC, 2008.

3.1 POP PREPARO DE AMOSTRAS

SUMÁRIO

Introdução	107
Inspeção da amostra	107
Pré-tratamento da amostra bruta	108
Amostras sólidas	108
Amostras líquidas	108
Preparo da amostra – amostra de laboratório	108
Amostras sólidas em pó ou grânulos	108
Amostras líquidas ou com alto teor de umidade	110
Sorvetes e gelados	110
Produtos semissólidos ou misturas líquidas ou sólidas	111
Pastas semiviscosas e líquidos contendo sólidos	111
Referências	111

INTRODUÇÃO

A primeira fase para analisar um produto é a coleta das amostras (amostragem). Esta deve ser previamente planejada, pois, quando não realizada de uma forma adequada, impossibilitará o processo de análise. Depois de realizar a coleta, a amostra deve ser identificada e acondicionada, evitando qualquer alteração na mesma. O processo da coleta até a análise tem que ser feito o mais rápido possível (IAL, 2008).

A amostragem consiste de três etapas:

1. Coleta de porções no lote (ou lotes) do material: obtenção da amostra bruta;
2. Redução da amostra bruta a um tamanho adequado ao trabalho de laboratório: amostra de laboratório;
3. Homogeneização da amostra analítica: amostra para análise (CECCHI, 2003).

INSPEÇÃO DA AMOSTRA

1. Anotar em um caderno específico de laboratório os dados a seguir: código, informação do rótulo e qualquer identificação contida na embalagem original da amostra;
2. Examinar a amostra para ver se não há algo de anormal quanto a seus aspectos físicos, como: formação de gás, cheiro, alteração da cor e condições de embalagem. Para enlatados: observar se há estufamento das latas e, depois, o estado interno da embalagem;

3. Anotar em caderno específico de laboratório as observações a seguir: embalagem, prazo de validade, odor, aspectos visuais e características físicas e químicas de acordo com o alimento.

PRÉ-TRATAMENTO DA AMOSTRA BRUTA

1. Retirar partes da amostra para a análise em quantidade suficiente para determinações em triplicata e outras repetições, quando necessário.

NOTA: Caso as amostras estejam congeladas, deixá-las na geladeira para descongelarem, de modo a serem posteriormente utilizadas à temperatura ambiente.

ATENÇÃO! Se for necessário, conservar a amostra a uma temperatura menor do que a ambiente ($< 25^{\circ}\text{C}$).

AMOSTRAS SÓLIDAS

1. Para farinhas e grãos, homogeneizar a amostra, agitando a embalagem antes ou após a abertura;
2. Para carnes: separar os ossos, pele ou couro (Obs: identificar estas informações sobre as características da amostra que está sendo preparada para posterior análise dos dados);
3. Para pescados: retirar componentes não comestíveis (espinha).

AMOSTRAS LÍQUIDAS

1. Agitar a embalagem para homogeneizar a amostra antes de sua retirada da embalagem original.

PREPARO DA AMOSTRA – AMOSTRA DE LABORATÓRIO

AMOSTRAS SÓLIDAS EM PÓ OU GRÂNULOS

1. Retirar partes representativas da amostra, em quantidade suficiente para determinações em triplicata e repetições;
2. Fragmentar a amostra (Figura 1);

Figura 1 – Fragmentação da amostra.



3. Triturar em gral ou multiprocessador (Figura 2);

Figura 2 – Formas de trituração da amostra: (a) multiprocessador e (b) gral.



(a)



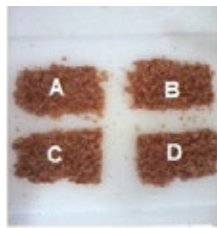
(b)

4. Realizar o quarteamento manual (Figura 3), conforme segue: a) Com o auxílio de uma espátula, espalhar a amostra sobre uma folha grande de papel filtro, material plástico e/ou inox de superfície plana (Figura 3a); b) Misturar bem a amostra, formando um retângulo/quadrado (Figura 3a); c) Separar em quatro partes (em forma de cruz A,B,C e D) (Figura 3b); d) Devolver dois segmentos opostos para o pacote (C e B ou A e D) (Figura 3c); e) Misturar as outras duas partes;

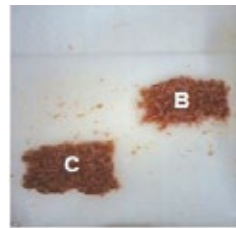
Figura 3 – Etapas do quarteamento manual de uma amostra sólida: (a) espalhamento da amostra em papel filtro, formando um quadrado/retângulo, (b) separação em quatro partes em forma de cruz, e (c) devolução de dois segmentos para o pacote.



(a)



(b)



(c)

5. Repetir o processo de separação de quatro partes ou o necessário para fazer toda a análise;
6. Continuar até obter material suficiente para análise em triplicata;
7. Acondicionar em embalagens, lembrando-se de tirar todo o ar de seu interior;
8. Identificar a amostra com os seguintes dados: identificação do produto, nome do projeto, responsável e data de preparo da amostra (Figura 4).

Figura 4 – Amostra preparada, acondicionada e identificada.



AMOSTRAS LÍQUIDAS OU COM ALTO TEOR DE UMIDADE

1. Agitar a amostra até homogeneizá-la bem;
2. Filtrar, se for necessário;
3. Transferir, com o auxílio de uma pipeta, um volume 10 mL da amostra, se for líquida, ou, com o auxílio de uma espátula, 10 g, se for sólida, para um cadinho de porcelana previamente preparado;
4. Evaporar em banho-maria;
5. Aquecer em estufa a 105 °C por 2 h;
6. Esfriar em dessecador até temperatura ambiente.

ATENÇÃO! Para produtos gaseificados, antes de fazer a filtração, deve-se transferir o mesmo para um béquer seco e agitar com o bastão de vidro, ou utilizar o banho de ultrassom, até eliminar o gás.

SORVETES E GELADOS

1. Deixar em repouso à temperatura ambiente (para liquefazer a amostra);
2. Homogeneizar;
3. Guardar na geladeira em frasco com rolhas.

PRODUTOS SEMISSÓLIDOS OU MISTURAS LÍQUIDAS OU SÓLIDAS

1. Ralar produtos como queijo e chocolate;
2. Retirar a amostra por quarteamento.

PASTAS SEMIVISCOSAS E LÍQUIDOS CONTENDO SÓLIDOS (PUDIM, SUCOS DE FRUTAS COM POLPA, GELEIA COM FRUTAS, E DOCES EM MASSA COM FRUTAS)

1. Homogeneizar o produto em liquidificador ou multiprocessador.

REFERÊNCIAS

CECCHI, H. M. **Fundamentos teóricos e práticos em análise de alimentos**. 2.ed. Campinas: UNICAMP, 2003. 207p.

IAL (INSTITUTO ADOLFO LUTZ). **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. 4.ed. São Paulo: IAL, 2008. 1018p.

3.2 POP DETERMINAÇÃO DE UMIDADE

SUMÁRIO

Introdução.	113
Material, equipamentos e reagentes	113
Preparo da vidraria.	113
Preparo dos cadinhos	113
Determinação de umidade	114
Cálculo do teor de umidade (%)	115
Cuidados.	115
Referências	115
Apêndice A	116

INTRODUÇÃO

A umidade representa a água livre contida no alimento. Corresponde à perda em massa do produto, quando aquecido em condições em que a água e outras substâncias que se volatilizam são removidas. A seguir, será descrita a técnica para a determinação de umidade por secagem em estufa a 105 °C, aplicável para diversos alimentos (IAL, 2008).

MATERIAL, EQUIPAMENTOS E REAGENTES

- Estufa;
- Balança analítica;
- Dessecador;
- Cadinho de porcelana;
- Pinça;
- Espátula.

PREPARO DA VIDRARIA

PREPARO DOS CADINHOS

1. Examinar se o cadinho está limpo. Se o cadinho não estiver limpo, fazer a limpeza do mesmo (ver POP nº BRO03 – LIMPEZA DE VIDRARIA DO LABORATÓRIO DE BROMATOLOGIA);

2. Preparar número suficiente de cadinhos para que a análise seja realizada em triplicata;

ATENÇÃO! Tomar os cuidados necessários em relação à estufa (Ver Nota 1 no item “Cuidados”).

3. Deixar os cadinhos secando em estufa por 2 h a 105 °C;
4. Retirar os cadinhos da estufa e deixá-los esfriando em dessecador por, no mínimo, 30 min ou até atingir a temperatura ambiente.

DETERMINAÇÃO DE UMIDADE

1. Pesar o cadinho em balança analítica calibrada e tarada (Figura 1);
2. Anotar a massa do cadinho vazio limpo, dessecado e frio em planilha específica (ver modelo no Apêndice A);
3. Tarar a balança e pesar, dependendo da matriz, de 2,0 a 10,0 g da amostra previamente preparada, conforme descrito no POP N° BRO04 – Preparo de amostras;

Figura 1 – a) Pesagem do cadinho e (b) balança tarada após pesagem do cadinho.



(a)



(b)

4. Anotar a massa da amostra na planilha (Apêndice A);
5. Secar o cadinho contendo a amostra em estufa a 105 °C de 6 a 8 h, ou até a massa ficar constante;

NOTA: Para a obtenção de massa constante, deve-se fazer a operação de aquecimento e resfriamento. Deve-se retornar o cadinho com a amostra para a estufa e, em seguida, colocar em dessecador por 30 min ou até atingir a temperatura ambiente. Repetir a operação quantas vezes forem necessárias.

6. Retirar os cadinhos da estufa utilizando Equipamentos de Proteção Individual (EPIs) adequados e tomando os devidos cuidados (ver Nota 1 do item “Cuidados”), esfriar em dessecador por 30 min ou até atingir a temperatura ambiente;
7. Pesar o cadinho, anotar o resultado na planilha específica (Apêndice A) e fazer o cálculo da porcentagem (%) de umidade, utilizando-se a Equação 1.

CÁLCULO DO TEOR DE UMIDADE (%)

$$Umidade (\%) = \frac{100 \times N}{P} \quad \text{Equação 1}$$

Onde:

N = perda de massa em gramas, ou seja, (massa da amostra + cadinho antes da estufa) – (massa do cadinho depois da estufa);

P = quantidade de amostra (em gramas).

CUIDADOS

Nota 1. Não remover ou introduzir cadinhos na estufa sem utilizar:

- Pinças adequadas, de metal;
- Protetor facial;
- Luvas de amianto (para altas temperaturas);
- Aventais e protetores de braços, se necessário;
- Em todo material aquecido retirado da estufa, colocar aviso com a informação: “Material Aquecido”.
- Usar cadinhos ou cápsulas resistentes a altas temperaturas.

REFERÊNCIAS

IAL (INSTITUTO ADOLFO LUTZ). **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. 4.ed. São Paulo: IAL, 2008. 1018p.

UNIVASF. **Normas de utilização dos laboratórios**. Disponível em: <http://www.proen.univasf.edu.br>. Acesso em 20 de fevereiro de 2012.

APÊNDICE A – PLANILHA PARA O REGISTRO DE DADOS DE DETERMINAÇÃO DE UMIDADE

DADOS DE UMIDADE							
Matriz/ Alimento	Identificação do cadinho	Massa do cadinho (g)	Massa da amostra (g)	Massa do cadinho depois da estufa (g)	Teor de umidade (%)	Média	Desvio padrão

3.3 POP DETERMINAÇÃO DE CINZAS

SUMÁRIO

Introdução.	119
Material, reagentes e equipamentos	119
Preparo da amostra e da vidraria.	120
Preparo dos cadinhos	120
Pesagem da amostra/cadinho.	121
Determinação	121
Incineração direto em mufla.	121
Incineração com adição de água.	122
Incineração utilizando bico de bunsen.	123
Cálculo do teor de cinzas (% , base úmida).	124
Cuidados.	124
Referências	126
Apêndice A	127

INTRODUÇÃO

O resíduo obtido por aquecimento de um produto em temperatura próxima a 550-570 °C recebe o nome de cinzas (IAL, 2008). As cinzas de um alimento são os resíduos inorgânicos que permanecem após a queima da matéria orgânica que é transformada em CO₂, H₂O e NO₂ (CECCHI, 2003).

Estes resíduos inorgânicos não irão representar toda a substância inorgânica presente na amostra, visto que alguns sais podem sofrer volatilização ou redução no aquecimento (IAL, 2008).

MATERIAL, REAGENTES E EQUIPAMENTOS

- Cadinho de porcelana;
- Mufla;
- Dessecador;
- Balança analítica;
- Banho-maria (se necessário);
- Chapa elétrica (se necessário);
- Espátula;

- Pinça;
- Bico de Büsen;
- Tripé;
- Triângulo de porcelana.

PREPARO DA AMOSTRA E DA VIDRARIA

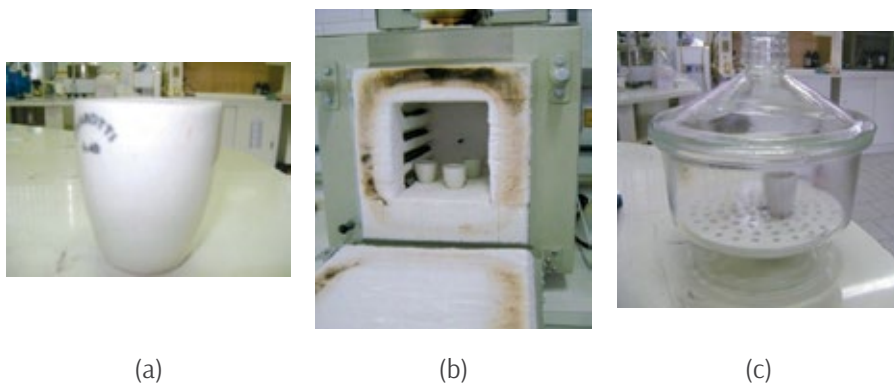
PREPARO DOS CADINHOS

1. Examinar se o cadinho está limpo, trincado ou rachado (Figura 1a). Se o cadinho não estiver limpo, fazer a limpeza do mesmo (ver POP nº BRO03 – LIMPEZA DE VIDRARIA DO LABORATÓRIO DE BROMATOLOGIA). Se o cadinho estiver trincado ou rachado, substituí-lo e destiná-lo à caixa de resíduos de vidraria quebrada.
2. Identificar os cadinhos com uma marca indelével (evitar o uso de canetas cuja tinta será apagada durante a incineração na mufla);
3. Deixar os cadinhos na mufla por 1 h a 550 °C (Figura 1b);

ATENÇÃO! Utilizar os EPIs adequados e tomar as precauções necessárias (ver Nota 1 do item “Cuidados”).

4. Esfriar os cadinhos na mufla, até chegar a 250-300 °C;
5. Colocar no dessecador por, no mínimo, 30 min ou até chegar à temperatura ambiente (Figura 1c).

Figura 1 – Aparato para o preparo de amostras para a determinação de cinzas: (a) cadinho de porcelana, (b) cadinhos na mufla para aquecimento e (c) cadinhos no dessecador.



PESAGEM DA AMOSTRA/CADINHO

1. Pesar o cadinho em balança analítica, após preparo (Fig. 2);
ATENÇÃO! Verificar o nivelamento e o controle de pesos da balança.
2. Anotar a massa do cadinho vazio, limpo, dessecado e resfriado;
NOTA: Anotar os dados na planilha, conforme modelo disponível no Apêndice A.
3. Tarar a balança (Figura 2) e pesar de 5,0 a 10,0 g da amostra, dependendo da matriz em análise, previamente preparada, seguindo o POP nº BRO04 – Preparo de amostras;
4. Anotar a massa da amostra.

Figura 2 – Processo para pesagem da amostra para a determinação de cinzas: (a) massa do cadinho e (b) balança tarada para a pesagem da amostra.



(a)



(b)

DETERMINAÇÃO

A seguir, serão descritas diferentes técnicas para a determinação do teor de cinzas em matrizes alimentícias.

INCINERAÇÃO DIRETO EM MUFLA

1. Fazer o preparo dos cadinhos e das amostras como descrito nos itens “Preparo dos cadinhos” e “Pesagem da amostra/cadinho”;
2. Ajustar a temperatura da mufla para 550 a 600 °C e incinerar por 6 a 8 h, segundo IAL (2008). Nesta etapa, as cinzas devem ficar brancas ou ligeiramente acizentadas (Figura 3).

Figura 3 – Coloração de amostra após incineração em mufla para a determinação de cinzas.



3. Desligar a mufla e deixar resfriar até 250 a 300 °C;
4. Colocar os cadinhos em dessecador por, no mínimo, 30 min ou até chegar à temperatura ambiente;
5. Pesar o cadinho, anotar os resultados na planilha indicada no Apêndice A e fazer o cálculo do teor de cinzas (%), conforme Equação 1, apresentada no item “Cálculo do teor de cinzas (%)”.

ATENÇÃO! Ao pesar o cadinho, deve-se ter cuidado, pois as cinzas são leves e podem desprender-se do cadinho.

INCINERAÇÃO COM ADIÇÃO DE ÁGUA

1. Fazer o preparo dos cadinhos e das amostras, como descrito nos itens “Preparo dos cadinhos” e “Pesagem da amostra/cadinho”;
2. Colocar o cadinho contendo a amostra, já pesados, na mufla;
3. Ajustar a temperatura para 550 a 600 °C por 6 a 8 h;
4. Desligar a mufla;
5. Deixar esfriar em dessecador, por, no mínimo, 30 min ou até chegar à temperatura ambiente;
6. Adicionar 0,5 mL de água ao cadinho já resfriado;
7. Incinerar novamente na mufla 550 a 600 °C por 1 h;

NOTA: Caso a amostra não fique branca/acinzentada, o cadinho deverá voltar para a mufla.

8. Desligar a mufla;
9. Aguardar a temperatura da mufla reduzir até 250-300 °C;

10. Retirar os cadinhos da mufla e resfriá-los em dessecador por 30 min ou até atingir a temperatura ambiente;
11. Pesar, anotar os dados na planilha (Apêndice A) e fazer os cálculos do teor de cinzas, conforme Equação 1, apresentada no item “Cálculo do teor de cinzas (%)”.

INCINERAÇÃO UTILIZANDO BICO DE BÜNSEN

ATENÇÃO! Antes de iniciar a incineração, tomar as precauções necessárias (Ver Nota 2 do item “Cuidados”).

1. Fazer o preparo dos cadinhos e das amostras, como descrito nos itens “Preparo dos cadinhos” e “Pesagem da amostra/cadinho”;
2. Montar, na capela, o conjunto Bico de Bünsen, tripé, triângulo de porcelana ou tela de amianto, conforme Figura 4;

ATENÇÃO! Antes de iniciar a incineração na capela, verificar os cuidados necessários em relação à capela (Ver Nota 3 do item “Cuidados”).

Figura 4 – Conjunto para a incineração de amostras pelo bico de Bünsen.



3. Incinerar a amostra colocando-a no bico de Bünsen, até que toda ela fique com uma coloração preta, sem desprendimento de fumaça. Tomar as precauções necessárias durante a realização desta etapa (ver nota 1 do item “Cuidados”);

ATENÇÃO! Não deixar a amostra pegar fogo. Se isso acontecer, colocar um prato de alumínio em cima do cadinho, para abafar e, conseqüentemente, apagar o fogo. Anotar a identificação da amostra que pegou fogo e, se os resultados da determinação forem diferentes dos resultados das demais amostras, repetir a análise.

4. Colocar os cadinhos na mufla a 550 a 600 °C por 6 a 8 h;
5. Desligar a mufla e aguardar a temperatura baixar para 250-300 °C;

6. Retirar os cadinhos da mufla e resfriá-los em dessecador por, no mínimo, 30 min ou até chegar à temperatura ambiente;
7. Pesquisar, anotar os resultados e fazer os cálculos do teor de cinzas (%), conforme Equação 1, apresentada no item “Cálculo do teor de cinzas (%)”.

CÁLCULO DO TEOR DE CINZAS (% , BASE ÚMIDA)

$$\text{Cinzas (\%)} = \frac{100 \times N}{P} \text{ Equação 1}$$

Onde:

N = massa de cinzas (em gramas), ou seja, (massa do cadinho pós mufla – massa do cadinho vazio);

P = massa da amostra úmida (em gramas).

CUIDADOS

Nota 1. Não remover ou introduzir cadinhos na mufla sem utilizar:

- Pinças adequadas;
- Protetor facial;
- Luvas de amianto (para altas temperaturas);
- Aventais e protetores de braços, se necessário;
- Cadinhos resistentes a altas temperaturas.
- Seguem outras recomendações:
- Em qualquer material aquecido, colocar o aviso com os dizeres “Material aquecido”;
- Não abrir bruscamente a porta da mufla quando estiver aquecida, somente após atingir 250 °C;
- Não queimar óleos em muflas.

Nota 2. Para o uso de chamas em laboratório, antes de ligar o bico de Bünsen, verificar se há:

- Vazamentos;

- Dobra no tubo de gás;
- Ajuste inadequado entre o tubo de gás e as conexões;
- Existência de substâncias inflamáveis próximo ao local.
- Seguem outras recomendações:
- Usar chama apenas em capela ou local permitido;
- Fechar o registro de gás após seu uso;
- Não acender maçaricos, bico de Bünsen e afins, com a válvula de gás muito aberta;
- Não deixar o bico de Bünsen aceso sem estar sendo utilizado.

Nota 3. Para o uso de capelas, alguns cuidados devem ser tomados, conforme descrito a seguir.

- Nunca inicie um serviço em capelas sem que:
- O sistema de exaustão esteja operando;
- Piso e janelas da capela estejam limpos;
- As janelas estejam funcionando perfeitamente.
- Sejam removidos produtos inflamáveis da capela ao se trabalhar com aquecimento;
- Deixar na capela apenas o material necessário para a análise;
- As janelas devem estar o mínimo possível abertas, para maior proteção;
- Não colocar o rosto dentro da capela;
- Desligar o sistema de exaustão 10 a 15 min após o término do trabalho;
- Conservar a superfície de trabalho e a aparelhagem no interior da capela sempre limpos;
- Se houver sinal de paralisação do exaustor da capela:
- Parar a análise imediatamente;
- Fechar ao máximo a janela da capela;
- Usar máscara contra gases, quando houver risco;
- Avisar o responsável pelo laboratório e demais pessoas que trabalham nele;
- Reiniciar a análise no mínimo 5 min após a normalização da exaustão.

Nota 4. Chapas ou mantas de aquecimento:

- Usar para evaporação ou refluxos de produtos inflamáveis, dentro da capela;
- Não ligar chapas ou mantas de aquecimento com resíduos aderidos sobre suas superfícies;
- Usar termo isolantes sob chapas ou mantas de aquecimento (amianto ou similar).

REFERÊNCIAS

CECCHI, H. M. **Fundamentos teóricos e práticos em análise de alimentos**. 2.ed. Campinas: UNICAMP, 2003. 207p.

IAL (INSTITUTO ADOLFO LUTZ). **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. 4.ed. São Paulo: IAL, 2008. 1018p.

UNIVASF. **Normas de utilização dos laboratórios**. Disponível em: <http://www.proen.univasf.edu.br/Arquivos%20linkados/laboratorios/Normas%20de%20Utilizacao%20dos%20Laboratorios%20da%20UNIVASF.pdf>. Acesso em 20 de fevereiro de 2012.

APÊNDICE A – PLANILHA PARA O REGISTRO DE DADOS DE DETERMINAÇÃO DE CINZAS

DADOS DE CINZAS							
Matriz/Alimento	Identificação do cadinho	Massa do cadinho vazio (g)	Massa da amostra úmida (g)	Massa do cadinho depois mufla (g)	% de Cinzas (base úmida)	Média	Desvio padrão

3.4 POP DETERMINAÇÃO DE PROTEÍNAS PELO MÉTODO DE KJELDAHL

SUMÁRIO

Introdução	129
Material, reagentes e equipamentos	129
Preparo de soluções	130
Solução de hidróxido de sódio	130
Indicador misto	130
Mistura catalítica	131
Solução de ácido clorídrico 0,1 mol l ⁻¹	131
Determinação	131
Digestão	131
Destilação	132
Titulação	133
Cálculo do teor de proteínas (% base úmida)	133
Referências	134
Anexo	135
Apêndice A	136
Apêndice B	137

INTRODUÇÃO

O método de Kjeldahl determina a matéria nitrogenada total de uma amostra. O princípio do método baseia-se em três etapas: digestão, destilação e titulação. A digestão consiste na transformação do nitrogênio das substâncias nitrogenadas, por ebulição com ácido sulfúrico concentrado e catalisadores, em sulfato de amônio. Na destilação, o sulfato de amônio é tratado com hidróxido de sódio em excesso, liberando amônia sob a forma de hidróxido de amônio, que é destilado e recolhido em ácido bórico. O nitrogênio é então determinado por titulação com ácido clorídrico valorado, ao vermelho de metila (IAL, 2008).

MATERIAL, REAGENTES E EQUIPAMENTOS

- Balão de Kjeldahl ou tubo de Kjeldahl;
- Béquer de 250 mL;
- Buretas de 25 ou 50 mL;

- Erlenmeyers de 125 ou 250 mL;
- Espátula;
- Gral de porcelana;
- Pinça;
- Ácido bórico (H_3BO_3) 4%;
- Ácido clorídrico (HCl) $0,1 \text{ mol L}^{-1}$ com fator de correção;
- Álcool etílico 70%;
- Hidróxido de sódio (NaOH) 50%;
- Sulfato de potássio (K_2SO_4) P.A.;
- Sulfato de sódio anidro (Na_2SO_4) P.A.;
- Sulfato de cobre pentahidratado ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) P.A.;
- Vermelho de metila ($\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_2$);
- Verde de bromocresol ($\text{C}_{21}\text{H}_{14}\text{Br}_4\text{O}_5\text{S}$).

PREPARO DE SOLUÇÕES

SOLUÇÃO DE HIDRÓXIDO DE SÓDIO

1. Em uma capela, preparar, em um béquer de vidro com banho de gelo, uma solução de hidróxido de sódio a 50%, sob agitação magnética;
2. Adicionar o volume de água destilada desejada para o preparo da solução;
3. Quando a solução estiver fria, transferi-la para um frasco plástico para armazenamento.

OBS: O hidróxido de sódio deve ser armazenado em frasco plástico, pois afeta a estrutura de frascos de vidro, danificando os mesmos.

INDICADOR MISTO

1. Pesar 0,132 g de vermelho de metila ($\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_2$) e 0,06 g de verde de bromocresol ($\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{Br}_4\text{O}_5\text{S}$);
2. Dissolver em 200 mL de álcool etílico 70% (v/v);
3. Filtrar, se necessário, e guardar em frasco âmbar.

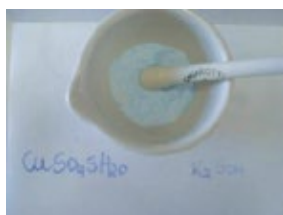
MISTURA CATALÍTICA

1. Misturar Sulfato de potássio (K_2SO_4) P.A. e Sulfato de cobre pentahidratado ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) P.A. (Figura 1);
2. Misturar todos componentes (K_2SO_4 : $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ na proporção de 10:1, respectivamente), triturando em gral de porcelana até obter um pó fino (Figura 2).

Figura 1 – Reagentes para o preparo da mistura catalítica: sulfato de cobre pentahidratado (béquer da esquerda) e sulfato de potássio (béquer da direita).



Figura 2 – Reagentes da mistura catalítica, misturados e triturados em gral.



SOLUÇÃO DE ÁCIDO CLORÍDRICO 0,1 mol L⁻¹

1. Medir aproximadamente 50 mL de água destilada em um balão volumétrico;
2. Medir 2 mL de HCl;
3. Transferir para um balão volumétrico de 250 mL;
4. Adicionar água destilada até a marca indicadora de volume do balão volumétrico;
5. Homogeneizar.

DETERMINAÇÃO

DIGESTÃO

1. Pesar, em balança analítica, 1,0 g de amostra homogeneizada e anotar na planilha indicada no Apêndice A;
2. Transferir a amostra para o tubo de Kjeldahl;

3. Adicionar 2,5 g da mistura catalítica e 7,0 mL de ácido sulfúrico;
4. Aquecer em bloco digestor (Figura 3) até atingir a temperatura de 350-400 °C, conforme programação de temperatura indicada na Tabela 1 do Apêndice B para cada grupo de alimentos (programação indicada para o equipamento utilizado no laboratório);
5. Deixar esfriar até aproximadamente 150 °C;
6. Adicionar 5,0 mL de água (Figura 4).

Figura 3 – Bloco digestor de proteínas.



Figura 4 – Amostra após digestão e adição de água.



DESTILAÇÃO

1. Acoplar ao destilador o erlenmeyer contendo 20 mL de solução de ácido bórico 4% com 4 ou 5 gotas de solução de indicador misto (Figura 5);
2. Adaptar o tubo de Kjeldahl ao destilador e adicionar vagarosamente a solução de hidróxido de sódio 50% até obter uma solução de cor negra (aproximadamente 20 mL);
3. Proceder com a destilação;
4. Recolher o volume necessário para a completa destilação de amônia (coletar em torno de 125 a 150 mL) (Figura 5).

Pode-se testar o ponto final da destilação com papel indicador, até que não ocorra mais reação alcalina. A solução coletora deve ser mantida fria durante a destilação.

Figura 5 – Destilador de proteínas com o erlenmeyer contendo ácido bórico e o indicador misto (frasco da direita) e com o tubo de Kjeldahl com a amostra digerida (frasco da esquerda).



TITULAÇÃO

1. Titular com solução padrão de ácido sulfúrico 0,05 mol L⁻¹ ou solução padrão de ácido clorídrico 0,1 mol L⁻¹ (Figura 6) até a viragem do indicador;

Figura 6 – Solução destilada a ser titulada.



2. Anotar o volume de HCl gasto na tabela indicada no Apêndice A;
OBS: finaliza-se a titulação quando a solução titulada volta a ter a mesma coloração do indicador (rósea intensa).
3. Proceder com os cálculos do teor de proteína (%) conforme Equação 1.

CÁLCULO DO TEOR DE PROTEÍNAS (% , BASE ÚMIDA)

$$\text{Nitrogênio total (\%)} = \frac{V \times M \times f \times 0,014 \times 100}{P} \quad \text{Equação 1}$$

Onde:

V = volume de solução de ácido utilizado (mL);

M = concentração molar teórica da solução de ácido utilizado;

f = fator de correção da solução de ácido utilizado;

P = massa da amostra úmida (g).

$$\text{Proteína} = \text{nitrogênio total} \times 6,25 \quad \text{Equação 2}$$

ATENÇÃO! O fator de conversão de nitrogênio total em proteína, indicado na Equação 2, irá depender do tipo de alimento (ver Tabela 1 do Anexo).

REFERÊNCIAS

IAL (INSTITUTO ADOLFO LUTZ). **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. 4.ed. São Paulo: IAL, 2008.

Tabela 1 – Fatores de conversão de nitrogênio total em proteína.

Alimento	Fator
Arroz	5,95
Aveia	5,83
Avelã	5,30
Amendoim	5,46
Amêndoas	5,18
Coco	5,30
Cevada	5,83
Farinha de trigo	5,83
Macarrão	5,70
Margarina	6,38
Leite e derivados	6,38
Soja	6,25
Gelatina	5,55
Outras nozes	5,30
Outros alimentos	6,25

Fonte: IAL (2008).

APÊNDICE A – PLANILHA PARA O REGISTRO DE DADOS DE DETERMINAÇÃO DE PROTEÍNAS

DADOS DE PROTEÍNAS							
Matriz /Alimento	Identificação da amostra	Massa da amostra úmida (g)	Volume de HCl (mL)	Proteínas (% base úmida) com fator de conversão 6,25	Proteínas (% base úmida) com fator de conversão específico	Média	Desvio padrão

Tabela 1 – Programas utilizados para a digestão das diversas matrizes alimentícias, no bloco digestor utilizado no laboratório (marca Logen Scientific).

Programas	Patamar1		Patamar 2		Patamar 3		Patamar 4		Patamar 5		Patamar 6	
	t (min)	T (°C)	t (min)	T (°C)	t (min)	T (°C)	t (min)	T (°C)	t (min)	T (°C)	t (min)	T (°C)
PG3	60	50	15	100	15	200	30	300	30	400	30	37
Padrão												

3.5 POP DETERMINAÇÃO DE LIPÍDIOS POR SOXHLET

SUMÁRIO

Introdução	139
Material, equipamentos e reagentes	139
Preparo da amostra, vidraria e equipamentos.	140
Preparo da amostra	140
Preparo da vidraria e dos equipamentos	140
Montagem do sistema utilizado no laboratório de bromatologia – equipamento Soxhlet	141
Determinação	142
Recuperação do éter	143
Cálculo do teor de lipídios (% base seca)	143
Cuidados.	144
Referências	145
Apêndice A	146

INTRODUÇÃO

Os lipídios são compostos orgânicos, insolúveis em água e solúveis em solventes orgânicos apolares. Podem ser classificados em simples, compostos ou derivados. Sua determinação, na maioria das vezes, é feita pela extração com solventes. O resíduo obtido no final da determinação não são apenas lipídios, mas todos os compostos que o solvente é capaz de extrair (IAL, 2008).

A seguir, será descrita a determinação de lipídios utilizando equipamento e aparato para a extração a quente com solvente pelo método de Soxhlet, que é um método de extração de modo intermitente. Esta técnica permite variações quanto ao solvente utilizado (e, portanto, a temperatura necessária para a ebulição) (CECCHI, 2003).

MATERIAL, EQUIPAMENTOS E REAGENTES

- Estufa;
- Balança analítica;
- Dessecador;
- Balão de fundo chato;
- Pinça;
- Espátula;

- Equipamento extrator de lipídios por Soxhlet;
- Papel filtro;
- Cartucho de celulose;
- Éter etílico;
- Banho termostatizado;
- Cornetas de Soxhlet (também conhecidas como balão de Soxhlet);
- Condensador;
- Mangueiras de circulação de água;
- Frasco de reagentes para coleta do éter.

PREPARO DA AMOSTRA, VIDRARIA E EQUIPAMENTOS

PREPARO DA AMOSTRA

1. Ver POP nº BRO04 – Preparo de amostras.

PREPARO DA VIDRARIA E DOS EQUIPAMENTOS

1. Ligar o banho termostatizado com 2 h de antecedência para iniciar a refrigeração da água de circulação;
2. Ligar simultaneamente os sistemas de aquecimento a 70 °C e o sistema de circulação de água refrigerada a 0 °C;
3. Conferir se a vidraria a ser utilizada está limpa;

ATENÇÃO! Caso não esteja, fazer a limpeza da mesma segundo o POP nº BRO03 – LIMPEZA DE VIDRARIA DO LABORATÓRIO DE BROMATOLOGIA.

Siliconar as juntas esmerilhadas da vidraria a ser utilizada, a saber: cornetas, condensadores e balões de fundo chato (Ver POP nº BRO01 – Vidraria, utensílios e equipamentos do Laboratório de Bromatologia);

ATENÇÃO! Tomar as precauções necessárias em relação à estufa (Ver Nota 1 do item 1 “Cuidados”).

4. Secar os balões em estufa a 105 °C por 2 h;
5. Desligar a estufa, retirar os balões de fundo chato do seu interior, colocá-los no dessecador e deixá-los esfriar por 30 min ou até chegar à temperatura ambiente;
6. Pesar os balões em balança previamente tarada e anotar a massa do balão na planilha específica (ver modelo indicado na Tabela 1 do Apêndice A);

7. Identificar os balões de fundo chato.

MONTAGEM DO SISTEMA UTILIZADO NO LABORATÓRIO DE BROMATOLOGIA – EQUIPAMENTO SOXHLET

1. Após ter siliconado as juntas esmerilhadas das cornetas e dos condensadores, identificar as cornetas, conforme a identificação previamente feita nos balões;
2. Pesar 2,0 g de amostra previamente preparada conforme POP nº BRO04 (Preparo de amostras), e seca, em papel filtro;

ATENÇÃO! Para a determinação de lipídios, as amostras devem estar livres de umidade, devendo-se, portanto, efetuar a desidratação prévia das mesmas, aplicando-se uma técnica analítica adequada para a amostra em estudo.

OBS: fechar o papel filtro em forma de envelope, pressionar a amostra e, em seguida, fazer um rolinho.

3. Colocar o papel filtro com a amostra em um cartucho de celulose;
4. Identificar o béquer com o cartucho de celulose contendo a amostra (Figura 1);

Figura 1 – Identificação dos béqueres contendo cartuchos de celulose.



5. Colocar o cartucho de celulose na corneta, conforme número da amostra e número da corneta (Figura 2).

Figura 2 – Cartuchos de celulose na corneta.



6. Conectar as mangueiras de circulação de água aos condensadores, observando a entrada e a saída correta da água, a saber:
 - DEMANDA: CONEXÃO NA PARTE INFERIOR DO BANHO.
 - RETORNO: CONEXÃO NA PARTE SUPERIOR DO BANHO.
 7. Colocar éter etílico nos balões, sendo que a quantidade varia conforme o tamanho da corneta (a quantidade deve ser suficiente para preencher cerca da metade do balão, conforme indicado na Figura 3).
- NOTA: Se a corneta for mais alta, precisará de mais éter no balão.

Figura 3 – Adição do éter nos balões.



8. Acondicionar a amostra na corneta e conectar ao balão e ao condensador (Figura 4).

Figura 4 – Sistema montado (condensador, corneta contendo a amostra e balão contendo éter) no extrator Soxhlet marca Nova Ética.



DETERMINAÇÃO

ATENÇÃO! Realizar todos os procedimentos na capela de exaustão de gases. Tomar as precauções necessárias em relação à capela (Ver Nota 2 do item “Cuidados”).

1. Ligar o sistema de aquecimento, deixando o botão na posição de 70 °C, para que o solvente entre em ebulição e, por evaporação, comece a circular de forma intermitente pela amostra.

Esta fase consiste na extração dos lipídios presentes na amostra, tendo duração de 8 h (quatro a cinco gotas de solvente por segundo) ou 16 h (duas a três gotas de solvente por segundo).

RECUPERAÇÃO DO ÉTER

ATENÇÃO! Realizar todos os procedimentos na capela de exaustão de gases. Tomar as precauções necessárias em relação à capela (Ver Nota 2 do item “Cuidados”).

1. Retirar os cartuchos de celulose da corneta com o auxílio de uma pinça;
2. Deixar o éter realizar um ciclo ou sifonagem pela corneta sem a presença do cartucho com amostra;
3. Condensar o éter e guardá-lo em um frasco de reagente com a devida identificação para posterior recuperação;
4. Acondicionar os balões em estufa por ± 1 h a 105 °C ou pelo tempo necessário para que todo solvente e qualquer resíduo de água seja removido (não pegar os balões diretamente com as mãos, e sim com o auxílio de uma pinça de metal);
5. Retirar os balões da estufa, resfriá-los em dessecador por 30 min ou até chegar à temperatura ambiente;
6. Pesar os balões, em balança previamente tarada, e anotar os dados em planilha específica (Ver Planilha 1 no Apêndice A);
7. Realizar os cálculos conforme Equação 1.

CÁLCULO DO TEOR DE LIPÍDIOS (% , BASE SECA)

$$\text{Teor de lipídios (\%)} = \frac{N \times 100}{P} \quad \text{Equação 1}$$

Onde:

N = massa de lipídios (em gramas), ou seja, (massa do balão pós estufa) – (massa do balão limpo);

P = massa da amostra seca (em gramas).

Caso os resultados sejam expressos em base úmida, deve-se fazer a conversão do teor de lipídios de base seca para base úmida, considerando-se o teor de umidade da amostra.

CUIDADOS

Nota 1. Não remover ou introduzir cadinhos na estufa sem utilizar:

- Pinças adequadas;
- Protetor facial;
- Luvas de amianto (para altas temperaturas);
- Aventais e protetores de braços, se necessário;
- Em todo material aquecido, colocar o aviso contendo os dizeres “Material Aquecido”;
- Usar cadinhos ou cápsulas resistentes a altas temperaturas.

Nota 2. Para o uso de capelas, nunca iniciar o serviço sem que:

- O sistema de exaustão esteja operando;
- Piso e janelas da capela estejam limpos;
- As janelas estejam funcionando perfeitamente;
- Sejam removidos os produtos inflamáveis da capela;
- Fique na capela apenas o material necessário para a análise;
- As janelas estejam com o mínimo de abertura possível para garantir maior proteção;
- O rosto esteja fora da capela;
- O sistema de exaustão seja desligado 10 a 15 min após o término dos trabalhos;
- A superfície de trabalho e a aparelhagem no interior da capela estejam limpas;
- Seja utilizado ácido perclórico ou substâncias radioativas no interior da capela.

Se houver sinal de paralisação do exaustor da capela:

- Parar a análise imediatamente;
- Fechar ao máximo a janela da capela;

- Usar máscara contra gases, quando houver risco;
- Avisar o responsável pelo laboratório e demais pessoas que trabalham nele;
- Reiniciar a análise, no mínimo, 5 min após a normalização da exaustão.

Nota 3. Uso de material de vidro:

- Não usar materiais de vidro trincados ou com bordas quebradas;
- Não jogar esses materiais ou os cacos de vidro no lixo comum, dispor de um recipiente apropriado;
- Usar luvas ou pinças apropriadas para manusear peças de vidro aquecidas;
- Usar frascos adequados, de resistência comprovada e limpos;

Nota 4. Produtos tóxicos: são produtos que causam sérios problemas orgânicos, tanto por ingestão, quanto por inalação ou absorção pela pele.

- Não manipular reagentes sem conhecer sua toxicidade;
- Usar os EPIs adequados;
- Trabalhar em capela com boa exaustão;
- Evitar qualquer contato com o produto seja por inalação, ingestão ou contato com a pele;
- No caso de sentir algum sintoma de intoxicação, avisar a pessoa responsável pelo laboratório e procurar atendimento médico.

REFERÊNCIAS

IAL (INSTITUTO ADOLFO LUTZ). **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. 4.ed. São Paulo: IAL, 2008. 1018p.

UNIVASF. **Normas de utilização dos laboratórios**. Disponível em: <http://www.proen.univasf.edu.br>. Acesso em 20 de fevereiro de 2012.

APÊNDICE A – PLANILHA PARA O REGISTRO DE DADOS DE DETERMINAÇÃO DE LIPÍDIOS

DADOS DE LIPÍDIOS								
Matriz/ Alimento	Identificação do cartucho de Celulose	Massa do balão limpo (g)	Massa da amostra seca (g)	Massa do balão pós-estufa (g)	Massa de lipídio (g) ^a	Teor de lipídios (%), base seca	Média	Desvio padrão

^amassa do lipídio = (balão pós estufa) – (balão vazio).

3.6 POP DETERMINAÇÃO DE LIPÍDIOS PELA TÉCNICA DE BLIGH & DYER

SUMÁRIO

Introdução.	149
Material, equipamento e reagentes	150
Preparo das soluções	150
Solução de cloreto de potássio (kcl)	150
Determinação	150
Cálculo do teor de lipídios (% , base úmida)	155
Cuidados.	156
Referências	157
Apêndice A	158

INTRODUÇÃO

O método universalmente utilizado para a extração de lipídios com solventes é o de Bligh & Dyer (BLIGH; DYER, 1959), que utiliza o sistema ternário de solventes clorofórmio:metanol:água, adicionados em duas etapas. Ele é indicado quando se deseja a extração de lipídios de grandes quantidades de tecidos (CHRISTIE, 1982).

A extração por Bligh & Dyer é realizada a frio, preservando a integridade dos lipídios extraídos, o que permite sua utilização posterior para qualquer finalidade, característica extremamente atrativa para a extração de óleos de peixe, altamente insaturados. Outra vantagem é o fato de este método independe da umidade da amostra (BLIGH; DYER, 1959; UNDELAND; HÄRRÖD; LINGNERT, 1998).

Para uma extração eficaz pelo método de Bligh & Dyer, é primordial manter as proporções 1:2:0,8 e 2:2:1,8 entre os volumes utilizados no sistema ternário de solventes, antes e após a diluição, respectivamente. Estes volumes foram determinados para amostras com 80% de umidade, sendo que variações na umidade da amostra exigem o ajuste da água do sistema de solventes, de forma a garantir as proporções citadas. A amostra é misturada com o metanol e clorofórmio, os quais estão em uma proporção que formam somente uma fase com a amostra. Em seguida, adiciona-se mais clorofórmio e água, promovendo a formação de duas fases distintas, uma de clorofórmio, contendo lipídios, e outra de metanol mais água, contendo substâncias não lipídicas. A fase do clorofórmio contendo a gordura é isolada e, após a evaporação do clorofórmio, obtém-se a quantidade de gordura por pesagem (BLIGH; DYER, 1959; BRUM, 2004; CHRISTIE, 1982; PARK; ANTONIO, 2006).

A seguir, as etapas descritas referem-se a uma amostra com 80% de umidade. Amostras que apresentam diferentes teores de umidade exigirão o ajuste da proporção de água.

MATERIAL, EQUIPAMENTO E REAGENTES

- 3 provetas (duas de 50 mL e uma de 100 mL);
- Béquero de 600 mL;
- Béquero de 250 mL;
- Funil de separação de 500 mL com tampa e torneira;
- Kitassato de 250 mL;
- Papel filtro de TNT;
- Mangueiras;
- Bomba a vácuo;
- Trapézio para bomba;
- Suporte universal;
- Aro para funil de separação;
- Evaporador rotativo a vácuo;
- Balança analítica;
- Clorofórmio P.A. (CHCl_3);
- Metanol P.A. (C_3HO);
- Solução de cloreto de potássio (KCl) 0,88%.

PREPARO DAS SOLUÇÕES

SOLUÇÃO DE CLORETO DE POTÁSSIO (KCl)

1. Pesar 0,5 g de cloreto de potássio em papel filtro;
2. Transferir para um béquero de 50 mL e diluir com água destilada;
3. Colocar o cloreto de potássio diluído em um balão volumétrico de 250 mL e completar com água destilada.

DETERMINAÇÃO

ATENÇÃO! Realizar todos os procedimentos na capela de exaustão de gases. Tomar as precauções necessárias em relação à capela (Ver Nota 1 do item “Cuidados”).

1. A amostra deve ser cortada e triturada em multiprocessador mecânico (Ver POP nº BRO04 – Preparo de amostras). Posteriormente, se necessário, deve ser mantida em refrigerador até o momento da análise (o tempo não pode ser prolongado, no caso de amostras de pescado, pois este produto sofre oxidação, mesmo quando submetido a baixas temperaturas);
2. Pesar 50 g de amostra em balança analítica previamente tarada, utilizando um béquer de 1000 mL (Figura 1a);
3. Adicionar, ao béquer contendo a amostra, 50 mL de clorofórmio e 100 mL de metanol. Caso necessário, nesta etapa, deve-se adicionar água;
4. Agitar a amostra em um agitador mecânico, com hélice tipo turbina, por aproximadamente 4 min, com rotação aproximada de 500 rpm (Figura 1b);
5. Transferir a amostra com a mistura de metanol/clorofórmio homogeneizada para o sistema de filtração a vácuo (Figura 2), montado com funil de Büchner e utilizando filtro de TNT (Figura 3);
6. Filtrar em bomba a vácuo, tendo cuidado para que não fique nenhum resíduo de amostra no filtrado (Figura 4). Guardar o filtrado líquido no Kitassato obtido nesta etapa;

ATENÇÃO! Tomar as precauções necessárias em relação ao sistema a vácuo (Ver Nota 2 do item “Cuidados”).

Figura 1 – Mistura dos solventes com a amostra em agitador mecânico: (a) amostra sem solventes e (b) amostra com solventes, depois da agitação.



(a)



(b)

Figura 2 – Sistema de filtração a vácuo.



Figura 3 – Amostra homogeneizada transferida para funil de Büchner.



Figura 4 – Sistema para filtração com funil de Büchner e Kitassato.



7. Depois da filtração, transferir a amostra sólida retida no filtro de TNT para um béquer de 250 mL;
8. Adicionar 50 mL de clorofórmio à amostra sólida;
9. Agitar novamente a amostra sólida em agitador mecânico com hélice tipo turbina por 4 min a 500 rpm;
10. Filtrar novamente a mistura em sistema a vácuo;
11. Combinar o filtrado líquido reservado com o filtrado obtido (filtrados obtidos nas etapas 6 e 10);

- Transferir o filtrado (reservado mais filtrado das etapas 6 e 10) para um funil de separação (Figura 5);

ATENÇÃO! Usar torneira de vidro para o funil de separação, pois os solventes utilizados nesta técnica podem degradar torneiras de plástico.

Figura 5 – Transferência da amostra filtrada para o balão de destilação.



- Com auxílio de uma proveta, adicionar 50 mL de KCl 88% ao funil de separação contendo a amostra filtrada;

Agitar a mistura no funil de separação (Figura 6);

ATENÇÃO! No momento da agitação, deve-se inverter o funil com a torneira para cima, fechada, abrindo-se a mesma para expelir os gases. Ressalta-se que esta operação não deve ser realizada no sentido da pessoa operadora, para evitar acidentes e respingos.

Figura 6 – Agitação da amostra em funil de separação.



- Manter o funil de separação contendo o filtrado sob refrigeração por aproximadamente 2 h ou até que se obtenham duas fases (Figura 7);
- Retirar o funil de separação da geladeira e acomodá-lo no suporte universal, com um funil com papel filtro contendo sulfato de sódio anidro (quantidade suficiente até cobrir o fundo do funil). Fazer esta operação em capela de exaustão de gases (Figura 8);

Figura 7 – Filtrado antes (a) e após 2 h sob refrigeração (b), para a obtenção de duas fases.



(a)



(b)

Figura 8 – Aparato para a filtração da parte orgânica.



16. Filtrar a parte orgânica (fase inferior contida no funil de separação), retirando a tampa do balão para facilitar o escoamento do líquido a ser filtrado;
17. Transferir a parte orgânica, filtrada na etapa anterior, para um balão de fundo redondo, previamente seco, pesado (Figura 9) e com os valores anotados em planilha específica (ver Apêndice A);
18. Acoplar o balão de fundo redondo ao evaporador rotativo a vácuo (Figura 10);
19. Evaporar o solvente orgânico presente na amostra utilizando o evaporador rotativo com banho a 45 °C e pressão a vácuo de 600 mmHg;
20. Colocar o balão de fundo redondo em estufa a 105 °C por 2 h;
21. Após o tempo indicado, desligar a estufa, retirar os balões e colocá-los em dessecador. Deixar esfriar pelo período mínimo de 30 min ou até atingir a temperatura ambiente. Pesár em balança analítica e anotar os dados em planilha específica (ver Apêndice A);
22. Realizar os cálculos do teor de lipídios (%) conforme Equação 1.

Figura 9 – Pesagem do balão de fundo redondo.



Figura 10 – Colocação do balão de fundo redondo no evaporador rotativo a vácuo: (a) acoplamento e (b) conexão das mangueiras para circulação de água.



(a)



(b)

CÁLCULO DO TEOR DE LIPÍDIOS (% , BASE ÚMIDA)

$$\text{Teor de lipídios (\%)} = \frac{(N \times 100)}{P} \quad \text{Equação 1}$$

Onde:

N = massa de lipídios (em gramas), ou seja, (massa do recipiente após a eliminação dos solventes (referente à massa do balão + óleo) – (massa do balão vazio);

P = massa da amostra úmida (em gramas).

CUIDADOS

Nota 1. Uso de capelas de exaustão de gases.

- Nunca iniciar uma atividade em capelas sem que:
- O sistema de exaustão esteja operando;
- Piso e janelas da capela estejam limpos;
- As janelas estejam funcionando perfeitamente;
- Sejam removidos produtos inflamáveis da capela ao se trabalhar com aquecimento;
- Esteja na capela apenas o material necessário para a análise;
- O rosto fique fora da capela;
- O sistema de exaustão seja desligado 10 a 15 min após o término dos trabalhos;
- A superfície de trabalho e a aparelhagem no interior da capela estejam sempre limpos.

Se houver sinal de paralisação do exaustor da capela:

- Parar a análise imediatamente;
- Fechar ao máximo a janela da capela;
- Usar máscara contra gases, quando houver risco;
- Avisar o responsável pelo laboratório e demais pessoas que trabalham nele;
- Reiniciar a análise no mínimo 5 min após a normalização da exaustão.

Nota 2. Uso do sistema a vácuo

- Não fazer vácuo rapidamente em equipamentos de vidro;
- Utilizar frascos adequados para o sistema de vácuo, por exemplo, o Kitassato;
- Nunca pressurizar um sistema de destilação a vácuo sem que o mesmo tenha esfriado até próximo da temperatura ambiente.

REFERÊNCIAS

- BLIGH, E.G.; DYER, W.J. A rapid method of total lipid extraction and purification. **Canadian Journal of Biochemistry and Physiology**, v.37, p.911-917, 1959.
- BRUM, A.A.S. **Métodos de extração e qualidade da fração lipídica**. Piracicaba, 2004. 66p. Dissertação (Mestrado) - Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", Universidade de São Paulo.
- CHRISTIE, W.W. **Lipid analysis**. 2nded. Oxford: Pergamon Press, 1982. 207p.
- PARK, K.J.; ANTONIO, G.C. **Análises de materiais biológicos**. Campinas. Universidade Estadual de Campinas Faculdade de Engenharia Agrícola, UNICAMP. 2006.
- UNDELAND, I.; HÄRRÖD, M.; LINGNERT, H. Comparison between methods using low-toxicity solvents for the extraction of lipids from herring (*Clupeaharengus*). **Food Chemistry**, v.61, n.3, p.355-365. 1998.
- UNIVASF. **Normas de utilização dos laboratórios**. Disponível em: <http://www.proen.univasf.edu.br>. Acesso em 20 de fevereiro de 2012.

APÊNDICE A – PLANILHA PARA O REGISTRO DE DADOS DE DETERMINAÇÃO DE LIPÍDIOS POR BLIGH & DYER

DADOS DE LIPÍDIOS							
Matriz Alimento	Identificação do balão	Massa do balão (g)	Massa da amostra úmida (g)	Massa do balão pós-estufa (g)	Teor de lipídios (% base úmida)	Média	Desvio padrão

POP N°
BRO10

Revisão 2
07/10/2014

Elaborado por: **Lucas Lopes**
Aprovado por: **Andréia Dalla Rosa, Giniani C. Dors, Maria Manuela C. Feltes**

3.7 POP DETERMINAÇÃO DE FIBRA BRUTA CONFORME MÉTODO Ba 6a-05 DA AOAC

SUMÁRIO

Introdução.	161
Material, reagentes e equipamentos	161
Preparo dos reagentes	162
Preparo da solução ácida	162
Preparo da solução alcalina	163
Preparo da amostra e da vidraria.	163
Preparo dos cadinhos	163
Pesagem da amostra e acondicionamento em <i>bag</i> para digestão	164
Preparo da amostra para digestão.	165
Determinação	166
Cálculo do teor de fibra bruta (% , base seca)	168
Referências	168
Apêndice A	169

INTRODUÇÃO

Fibra dietética, antigamente chamada de fibra bruta, inclui, teoricamente, substâncias que não são digeríveis pelos organismos humano e animal, e são insolúveis em ácido e base diluídos em condições específicas. A fibra bruta não tem valor nutritivo, mas fornece a ferramenta necessária para os movimentos peristálticos do intestino (CECHI, 2003; DAMODARAN, 2010).

Os componentes da fibra têm sua origem nas paredes celulares das plantas, sendo os mais abundantes celulose e lignina. As principais fontes de fibra dietética são os cereais, os vegetais e as frutas (ORDÓÑEZ, 2005).

A seguir, será descrita a determinação de fibra bruta mediante digestão ácida, seguida de digestão alcalina.

MATERIAL, REAGENTES E EQUIPAMENTOS

- Balança analítica;
- Cadinho de Gooch;
- Espátula;
- Pinça;

- Fitas para medir o pH;
- Pipeta;
- Pera;
- Proveta;
- Bastão de vidro;
- Béquer;
- Copo de vidro graduado;
- Balão de fundo redondo;
- Lã de vidro;
- *Bags* de nylon;
- Funil de Büchner;
- Bomba a vácuo;
- Manta de aquecimento;
- Mufla;
- Estufa;
- Banho ultratermostatizado;
- Destilador de fibra;
- Hidróxido de sódio para análise (P.A.);
- Ácido sulfúrico P.A.;
- Acetona P.A.;
- Álcool etílico P.A.;
- Éter de petróleo P.A.

PREPARO DOS REAGENTES

PREPARO DA SOLUÇÃO ÁCIDA

1. Em uma proveta, medir 987,5 mL de água destilada e transferir cerca de 500 mL para um copo de vidro graduado;
2. Com o auxílio de uma pipeta graduada, adicionar 12,5 mL de Ácido Sulfúrico (H_2SO_4) à água contida no copo de vidro graduado, obtendo-se assim a solução a 1,25%;

3. Após o ácido ser colocado no copo de vidro, acrescentar o restante da água destilada contida na proveta;
4. Com o auxílio de um bastão de vidro, homogeneizar bem a solução, identificar e reservar.

PREPARO DA SOLUÇÃO ALCALINA

1. Em uma proveta, medir aproximadamente 1000 mL de água destilada e transferir cerca de 500 mL para um copo de vidro graduado;
2. Em uma balança analítica, pesar 12,5 g de Hidróxido de Sódio (NaOH);
3. Acrescentar o Hidróxido de Sódio (NaOH) ao copo de vidro. Conforme for acrescentando o Hidróxido de Sódio ao copo de vidro graduado, fazer a homogeneização;
4. Transferir cerca de 10 mL de água destilada para o béquer em que foi pesado o Hidróxido para a remoção de qualquer resíduo, e em seguida transferir a água para o copo de vidro graduado;
5. Fazer a homogeneização dos reagentes;
6. Após a homogeneização, a solução de Hidróxido de Sódio 1,25% estará pronta. Identificar e reservar em uma embalagem de plástico.

PREPARO DA AMOSTRA E DA VIDRARIA

PREPARO DOS CADINHOS

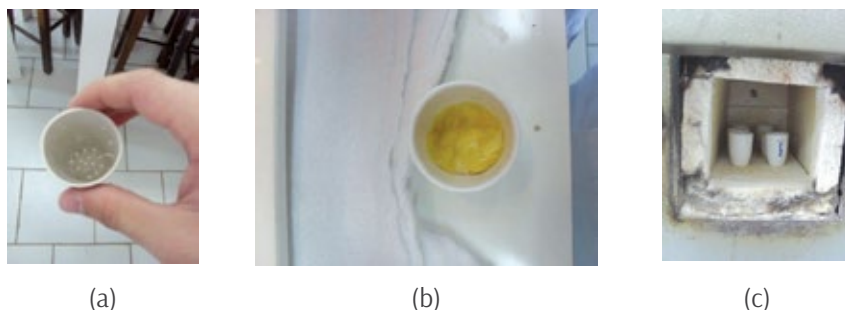
1. Examinar se o cadinho de Gooch está limpo, rachado ou trincado (Figura 1a). Se o cadinho não estiver limpo, fazer a limpeza do mesmo, consultando o POP nº BRO03 – LIMPEZA DE VIDRARIA DO LABORATÓRIO DE BROMATOLOGIA. Se o cadinho estiver trincado ou rachado, substituí-lo.

2. Revestir o fundo dos cadinhos de Gooch com lã de vidro (Figura 1b);

ATENÇÃO! Atentar aos cuidados com a manipulação da lã de vidro, usando máscara facial e fluxo de exaustão, para evitar inalação de partículas, e calcinar a lã antes da etapa de filtragem, para evitar a contaminação com resíduos orgânicos.

3. Colocar os cadinhos de Gooch na mufla a 600 °C por 1 h (Figura 1c);
4. Deixar esfriar os cadinhos de Gooch na mufla, até chegar a 250 – 300 °C;
5. Colocar os cadinhos de Gooch no dessecador até atingir a temperatura ambiente.

Figura 1 – Preparo do cadinho para determinação de fibra bruta: (a) cadinho de Gooch, (b) cadinhos com a lâ de vidro, (c) cadinhos na mufla para aquecimento.



PESAGEM DA AMOSTRA E ACONDICIONAMENTO EM BAG PARA DIGESTÃO

1. Secar previamente a amostra, conforme descrito no POP Determinação de umidade;
2. Tarrar a balança (Figura 2a) e pesar aproximadamente 2,0 g de amostra seca (Figura 2b), sendo que a pesagem deve ser feita no *bag* de *nylon*;

Figura 2 – Pesagem da amostra: (a) *bag* de *nylon* na balança já tarada e (b) amostra pesada.



3. Anotar a massa da amostra seca, em planilha específica conforme Modelo disponível no Apêndice A;
4. Após anotar a massa, selar o *bag* de *nylon* rigorosamente. Para isso, primeiramente dar um nó bem apertado (Figura 3a) e finalizar com um laço (Figura 3b).

Figura 3 – Selamento do *bag* de *nylon* com fio de *nylon*: (a) *bag* amarrado com um nó e (b) *bag* selado com um laço.



(a)



(b)

PREPARO DA AMOSTRA PARA DIGESTÃO

ATENÇÃO! Deve-se sempre utilizar luvas de látex e todos os procedimentos devem ser realizados dentro da capela de exaustão.

1. Colocar a amostra, previamente seca, já no *bag* de *nylon*, em um béquer de 100 mL;
2. Acrescentar éter de petróleo até cobrir a amostra;
3. Deixar a amostra, no *bag* de *nylon*, submersa no éter de petróleo por 5 min, independentemente da amostra (Figura 4).
4. Homogeneizar a amostra com um bastão de vidro, dando leves “batidinhas” na amostra;
5. Em seguida, retirar os *bags* de *nylon* do béquer e colocá-los no béquer específico para a determinação de fibra bruta (Figura 5);
6. Levar para estufa a 60 °C por 1 h para secar.

Figura 4 – Amostras imersas em éter de petróleo para desgordurá-las.

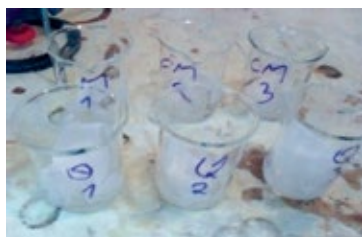


Figura 5 – Béquero específico para determinação de fibras.



DETERMINAÇÃO

1. Identificar um béquer específico para determinação de fibras (Figura 5) correlacionando a amostra analisada com o béquer específico, exemplo: amostra pesada 1 com béquer 1; identificar o béquer com o nome da amostra e da análise, colocar no interior do recipiente um *bag* de *nylon* contendo a amostra e adicionar 200 mL da solução ácida 1,25%. Ver modo de preparo da solução ácida no item “Preparo dos reagentes”;
2. Realizar a digestão com refluxo de água fria por 30 min contados a partir do início da ebulição (Figura 6);
3. Transcorrido o tempo indicado, lavar a amostra com água quente para neutralizá-la. Para isso, acrescentar a água quente no béquer e, com um bastão de vidro homogeneizar a amostra. A água deve ser posteriormente descartada em um balde para ela ser neutralizada;

Figura 6 – Equipamento montado para realização das digestões ácida e alcalina.



4. Quando a amostra estiver neutralizada (Figura 7), retorná-la para o béquer e acrescentar 200 mL da solução alcalina 1,25%. Ver modo de preparo no item “Preparo dos reagentes”;

Figura 7 – Lavagem e neutralização da amostra após a digestão ácida: (a) equipamentos para lavagem e (b) amostra neutralizada.



(a)



(b)

5. Realizar a digestão com refluxo com água fria por 30 min contados a partir do início da ebulição;

ATENÇÃO! Cuidar para que a temperatura do banho de circulação de água fique baixa (abaixo dos 15 °C).

6. Adicionar 0,5 mL de álcool isopropílico a cada béquer, para evitar o excesso de espuma;
7. Transcorrido o tempo de 30 min, lavar a amostra com água quente para neutralizá-la, conforme descrito acima no item 4 (Figura 6);
8. Posteriormente, lavar a amostra com 20 mL de acetona:álcool etílico (1:1, v/v) (Figura 8) e realizar a filtração a vácuo da amostra em cadinho de Gooch, previamente preparado com lã de vidro e calcinado.

Figura 8 – Lavagem com acetona e álcool.



9. Repetir a operação com mais 20 mL de acetona:álcool etílico (1:1, v/v);
10. Levar os cadinhos de Gooch para a estufa a 105 °C até massa constante (3 a 4 h);
11. Retirar da estufa e deixar em dessecador até a temperatura ambiente;
12. Pesar e anotar a massa do cadinho com resíduo;

13. Levar para mufla a 550 °C por 2 h;
14. Desligar a mufla, aguardar a temperatura baixar a 250 a 300 °C;
15. Retirar os cadinhos de Gooch da mufla e esfriá-los em dessecador até temperatura ambiente;
16. Por fim, pesar e anotar a massa do cadinho de Gooch contendo as cinzas e fazer o cálculo conforme Equação 1, disponível no item “Cálculo do teor de fibra bruta (%)”.

CÁLCULO DO TEOR DE FIBRA BRUTA (% , BASE SECA)

$$\text{Fibra bruta (\%)} = \frac{(A - B) \times 100}{C} \quad \text{Equação 1.}$$

Onde:

A = massa do cadinho + resíduo (em gramas);

B = massa do cadinho + cinza (em gramas);

C = massa da amostra seca (em gramas).

Para a expressão dos resultados em base úmida, deve-se converter o resultado de base seca para base úmida, considerando-se o teor de umidade da amostra.

REFERÊNCIAS

- AOAC. **Crude fiber analysis in feeds by filter bag technique Ba 6a-05**. 2009.
- CECCHI, H. M. **Fundamentos teóricos e práticos em análise de alimentos**. 2.ed. Campinas: UNICAMP, 2003.
- MORADAN, S. **Química dos alimentos**. Porto Alegre: Artmed, 2010.
- ORDÓÑEZ, J. A. **Tecnologia de alimentos: Componentes dos alimentos e processos**. Porto Alegre: Artmed, 2005.

APÊNDICE A – PLANILHA PARA O REGISTRO DE DADOS DE DETERMINAÇÃO DE FIBRA

DADOS DE FIBRAS								
Matriz/ Alimento	Identificação da amostra	Massa da amostra seca (g)	Identificação do cadinho	Massa do cadinho depois da estufa (g)	Massa do cadinho depois da mufla (g)	Teor de fibras (% base seca)	Média	Desvio Padrão

4. CONCLUSÕES

Há uma diversidade de matrizes alimentícias e uma grande variedade de metodologias disponíveis para análise, razão pela qual torna-se preponderante a padronização para a quantificação de macro e micronutrientes em diferentes alimentos.

Os POPs possibilitam maior segurança durante a execução da análise e confiabilidade nos resultados obtidos, pois permitem que as análises sigam uma sequência detalhada, fundamentada nas técnicas postuladas na literatura, e realizadas sempre de uma mesma forma, permitindo a verificação de cada etapa de maneira simples e objetiva.

Em qualquer análise de alimentos, o que se busca é a exatidão e a precisão dos resultados. Assim, deve-se escolher um método padronizado e adequado, que atenda a estes requisitos. Além disso, a elaboração e a implantação dos POPs no Laboratório de Bromatologia do Centro de Ciências Agrárias do IFC *Campus* Concórdia facilitou a utilização da infraestrutura disponível, atendendo às demandas de aulas práticas e o desenvolvimento de pesquisas e atividades de extensão inerentes aos cursos de Graduação e do Ensino Médio relacionados à área de Ciências Agrárias (Engenharia de Alimentos, Medicina Veterinária, Agronomia, Técnico em Alimentos e Técnico em Agropecuária).

As técnicas que foram apresentadas no presente livro poderão ser tomadas como base para a padronização das técnicas analíticas de laboratórios de outros *Campus* do IFC ou de outras instituições de ensino ou pesquisa.

Este livro foi composto nas fontes Delicious e Arsenal
para o Instituto Federal Catarinense em dezembro
de 2016.