

25 e 26 de setembro de 2007



em Passo Fundo, RS

DESENVOLVIMENTO DE CURVAS DE CALIBRAÇÃO VIA NIRS PARA A DETERMINAÇÃO DA COMPOSIÇÃO CENTESIMAL DE QUEIJO PRATO

Michele Zanotto Siben, Cátia Aparecida de Gois de Andrade, Franciele Ianiski, Luis Fernando Wentz Brum, Melania Vedana, Roberto Serena Fontaneli, Jorge G. Schulz*

Laboratório de Físico-química – Centro de Pesquisa em Alimentação, Curso de Engenharia de Alimentos, Universidade de Passo Fundo.

*Email: schulz@upf.br

RESUMO

Os métodos tradicionais de análise da qualidade nutricional de queijo são demorados e de custo elevado. O método da refletância no infravermelho proximal apresenta-se como uma alternativa que não utiliza reagentes, não é destrutiva e é extremamente rápida. No entanto, para que seja utilizado rotineiramente, faz-se necessário o desenvolvimento de curvas de calibração, obtidas através de equações matemáticas a partir dos resultados de ensaios laboratoriais. O presente trabalho teve como objetivo desenvolver curvas de calibração para queijo prato, utilizando-se um total de 18 amostras, oriundas de dois processamentos distintos quanto à coagulação: enzimática e mista. O material foi analisado quanto aos teores de proteína, lipídios, carboidratos, umidade e cinzas pelos métodos físico-químicos de referência. As mesmas amostras foram analisadas em um espectrômetro, cuja leitura foi realizada nos comprimentos de onda de 1100 a 2500 nanômetros. Para a calibração, foi utilizado o tratamento matemático conforme Shenk & Westerhaus (1993) e, posteriormente, análise de regressão, tendo como variáveis independentes os resultados das análises físico-químicas e, como variáveis dependentes, os resultados da refletância no infravermelho proximal. A avaliação do grau de ajuste foi feita através dos coeficientes de determinação (R^2) e coeficiente de regressão da validação cruzada (R^2_V). A acurácia foi elevada para os constituintes lipídios ($R^2 = 0,99$), carboidratos ($R^2 = 0,99$) e proteínas ($R^2 = 0,94$).

Palavras-chave: espectrometria de infravermelho próximo, queijo prato.

1 INTRODUÇÃO

Queijo é a denominação genérica de grupo de alimentos derivados da coagulação do leite, sendo o Brasil o sexto produtor mundial. A matéria-prima, o tipo de coagulação e o processamento podem afetar a composição do queijo, implicando seu valor nutritivo. Os métodos tradicionais de determinação da composição centesimal de queijo são demorados e onerosos. O método da refletância no infravermelho proximal (Nirs) apresenta-se como uma alternativa que não utiliza reagentes, não é destrutiva, é rápida e não gera resíduos ao meio,

pois efetua análises de alimentos com alta precisão através do princípio de emissão de radiação eletromagnética. A energia radiante do infravermelho é empregada para caracterizar as substâncias orgânicas, permitindo efetuar análises múltiplas simultaneamente e em grande velocidade. A técnica baseia-se na quimiometria e é uma integração da espectroscopia, estatística e computação de dados. Porém, faz-se necessário o desenvolvimento de curvas de calibração, obtidas através de equações matemáticas, a partir dos resultados de ensaios laboratoriais. O trabalho objetivou desenvolver essas curvas de calibração para análise do queijo tipo prato obtido a partir de amostras de dois processamentos distintos quanto ao tipo de coagulação: enzimática (através da adição de coalho) e mista (através da adição de coalho e ácido láctico).

2 DESENVOLVIMENTO

2.1 Material e métodos

Foram analisadas 18 amostras de queijo pelo método físico-químico para os seguintes constituintes: proteína bruta, lipídios, umidade, cinzas e carboidratos (AOAC, 2005), oriundas de dois processamentos distintos quanto ao tipo de coagulação: mista, com ácido láctico e coalho, e enzimática, com coalho. A leitura das amostras foi realizada em um espectrômetro Perstorp analytical, Silver Spring, MD, modelo 5000, acoplado a um microcomputador equipado com *software* ISI versão 4.1 (Infrasoft International, University, Park, PA), utilizando-se a faixa de comprimentos de onda de 1100 a 2500 nm. Para a geração das equações, foi utilizado o tratamento matemático conforme Shenk & Westerhaus(1993), fez-se a análise de regressão, tendo como variável independente os resultados das análises físico-químicas e, como variável dependente, os resultados do Nirs. A avaliação do grau de ajuste foi através dos coeficientes de determinação obtidos (R^2).

2.2 Resultados e discussão

Os resultados da composição centesimal das amostras e dos parâmetros da curva de calibração via Nirs estão apresentados na Tabela 1. Os coeficientes de regressão (R^2) que apresentam valores acima de 0,90 são considerados altos e, portanto, indicam um elevado grau de associação entre os métodos. Tendo como referência o R^2 , o único constituinte que apresentou valores inferiores a 0,90 foi cinzas, exibindo um R^2 igual a 0,81. Outro importante parâmetro que indica o grau de desempenho da curva de calibração é o coeficiente de regressão da validação cruzada (R^2_V). Segundo esse parâmetro, os componentes cinzas e umidade foram os que apresentaram valores inferiores aos desejados, respectivamente, 0,70 e 0,36.

Da população inicial de 18 amostras, obteve-se um número de amostras (N) inferior, oscilando entre 13 para o constituinte cinzas e 17 para o constituinte umidade, devido à eliminação de amostras aberrantes (*outliers*), ficando-se apenas com as amostras mais representativas ao estudo. Os *outliers* foram detectados a partir do teste de Students. Apesar do baixo número de amostras, obteve-se boa calibração para os componentes proteína, lipídios e carboidratos devido à homogeneidade das amostras e à melhor relação entre os espectros e os valores de referência, como observado na Figura 1.

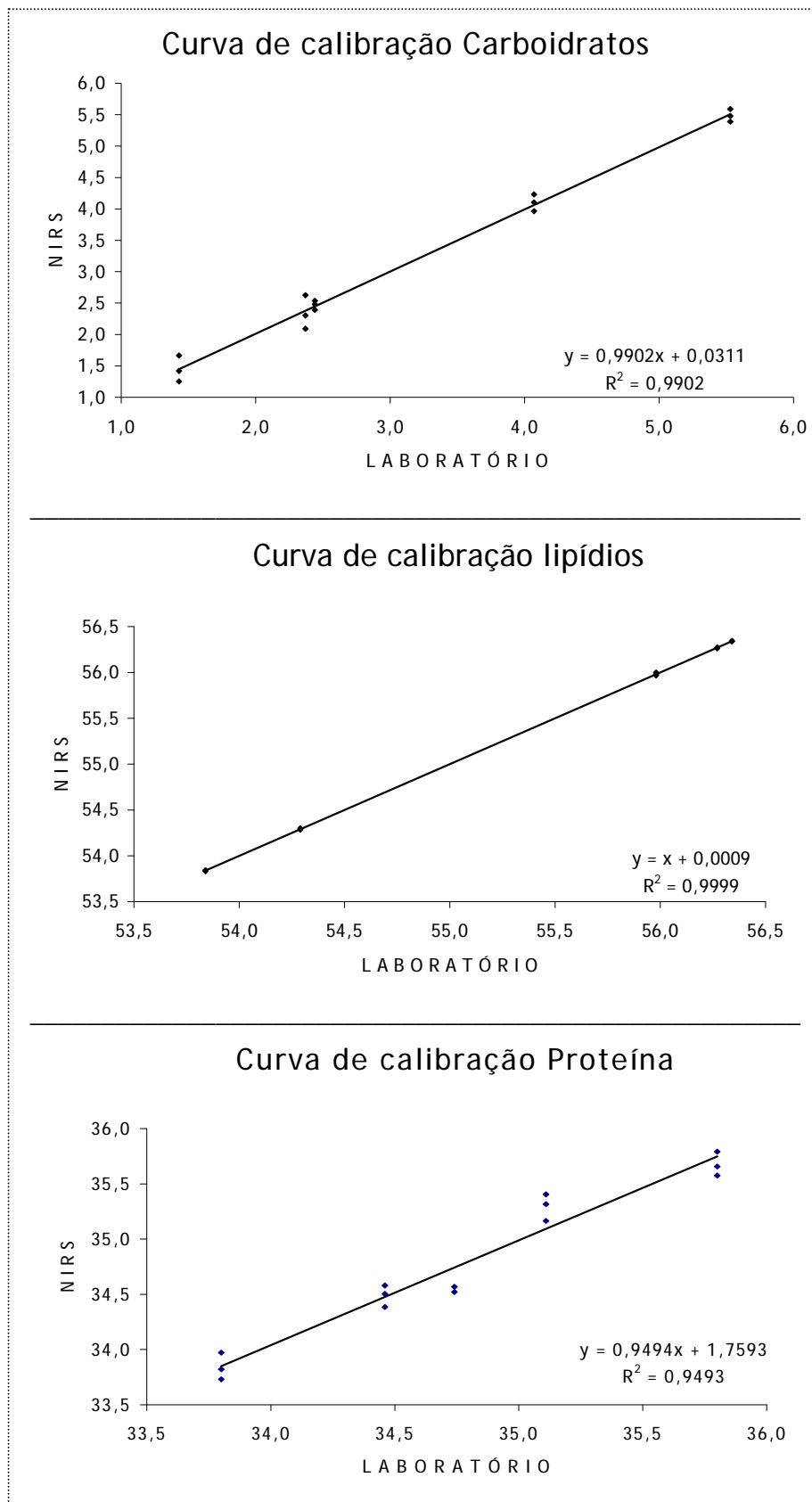


Figura 1 - Gráficos das melhores curvas de calibração de queijo prato

Os diferentes tratamentos matemáticos utilizados visam encontrar a melhor correlação entre os dados espectrais e os valores de referência. O tratamento matemático é representado por uma seqüência de quatro algorismos que indicam, respectivamente, o cálculo da primeira derivada, correção dos efeitos de espalhamento dos espectros com bandas sobrepostas, ruídos e deslocamento de linhas de base.

Torres et al., (2000), encontraram para o queijo prato a seguinte composição centesimal: umidade, 43,2%, cinzas, 2,59%, lipídios, 27,02%, proteína, 25,60% e carboidratos, 1,59%. Segundo Baldini (1998), queijo prato padrão apresenta valores de umidade em torno de 36% a 40% e de cinzas de 3,66%. Para Silva (1998), os teores de proteínas variam de 18 a 24%. Em comparação com esses autores, os valores encontrados neste trabalho foram maiores para os componentes umidade e cinzas, menor para proteína e semelhantes para lipídios e carboidratos.

Tabela 1 - Composição centesimal de queijo prato e parâmetros da curva de calibração

Constituinte	N ⁽¹⁾	Amplitude	Média ⁽²⁾	DP ⁽³⁾	R ²⁽⁴⁾	EPC ⁽⁵⁾	EPVC ⁽⁶⁾	R ² V ⁽⁷⁾	TM ⁽⁸⁾
Umidade	17	47,57 - 50,58	49,18	1,371	0,91	0,47	1,10	0,36	3,10,10,1
Proteína	14	33,80 - 35,80	34,78	0,715	0,94	0,17	0,21	0,92	1,4,4,1
Lipídios	13	53,84 - 56,34	55,35	1,110	0,99	0,01	0,27	0,94	3,10,10,1
Cinzas	14	6,5 - 7,12	6,85	0,217	0,81	0,09	0,12	0,70	4,10,10,1
Carboidratos	15	1,43 - 5,53	3,17	1,506	0,99	0,17	0,31	0,96	4,10,10,1

1. N, número de amostras; 2. Média em base seca; 3. DP, desvio-padrão; 4. R², coeficiente de regressão; 5. EPC, erro padrão de calibração; 6. EPVC, erro padrão de validação cruzada; 7. R²V, coeficiente de regressão de validação; 8. TM, tratamento matemático.

3 CONCLUSÃO

O uso do método Nirs para determinação da composição centesimal de queijo obteve, de modo geral, boas curvas de calibração, destacando-se as curvas de calibração para os constituintes proteína, lipídios e carboidratos. Cabendo ainda a validação das curvas com outras amostras.

4 REFERÊNCIAS

- ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official methods of analysis**. 18. ed. Washington, 2005. 2000p.
- BALDINI, V. L. S. **Proteólise em queijo tipo prato durante a maturação**. Tese (Doutorado) - Faculdade de Ciências Farmacêuticas/Universidade de São Paulo, 1998.
- SHENK, J.; WESTERHAUS, M. **Analysis of agriculture and food products by near infrared reflectance spectroscopy**. Monograph. Dept. of Agronomy. Penn State University and Infracsoft International. Port Matilda. PA. USA, 1993. 116p.
- SILVA, A. T. **Maturação do queijo tipo prato: influência da adição de enzimas proteolíticas no processo**. Dissertação (Mestrado) - Unicamp, Campinas, 1998.
- TORRES, Elizabeth A. F. S et al. Composição centesimal e valor calórico de alimentos de origem animal. **Ciência Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 20, n. 2, 2000.