

Recalibração de métodos analíticos para determinação de teores de açúcar e humidade em cereais por espectroscopia de infravermelho próximo (NIR) e em termobalança

Ana Patrícia da Silva Marques

Dissertação apresentada ao Instituto Politécnico de Castelo Branco para cumprimento dos requisitos necessários à obtenção do grau de Licenciada em Nutrição Humana e Qualidade Alimentar, realizada sob a orientação científica da Doutora Ofélia Maria Serralha dos Anjos, Professor Adjunto da Escola Superior Agrária do Instituto Politécnico de Castelo Branco

Agradecimentos

Começo por agradecer à minha mãe, Anabela da Silva Monteiro e ao meu pai, Manuel Jorge Dias Marques, por tornarem possível ter chegado a esta etapa da minha vida, pois sem eles e sem o seu esforço nada disto seria possível.

Obrigado por todos os obstáculos que tiveram que passar por mim.

Agradeço também à Doutora Fátima Sodré, a minha orientadora da Nestlé, que tornou possível a realização deste estágio. Não esqueço também de agradecer a toda a equipa do controlo de qualidade do laboratório físico-químico, Sr. Vítor, Fátima Vieira, Sr. Pedro, Hugo Costa, Sr. Pais, por me terem ensinado, apoiado e feito rir diversas vezes.

Agradeço à minha orientadora interna, Ofélia Maria Serralha dos Anjos, por toda a disponibilidade e auxílio durante a elaboração deste relatório, e por todos os conhecimentos que me passou, tal como todos os professores da Escola Superior Agrária de Castelo Branco.

Quero ainda agradecer a todos os amigos e amigas de curso e de castelo branco, pois sem a presença deles, estes 3anos tinham sido passados com muita dificuldade. Nunca irei esquecer os maus e os bons momentos que passei na cidade de Castelo Branco. Nesta cidade aprendi, cresci e fui feliz.

Por último quero agradecer a toda a minha família e namorado, por todo o carinho, incentivo, apoio e paciência em todos os momentos.

A todos, um enorme obrigado.

Recalibração de métodos analíticos para determinação de teores de açúcar e humidade em cereais por espectroscopia de infravermelho próximo (NIR) e em termobalança

Ana Patrícia da Silva Marques

Resumo

Este trabalho irá abordar métodos rápidos de análise de alimentos (NIR e termobalança) em contexto de fábrica, onde serão apresentadas técnicas de espectroscopia de infravermelho próximo (NIR) e técnicas de calibração e validação de métodos analíticos, para os teores de açúcar e humidade.

Irão ser apresentadas técnicas de seleção e preparação de amostras dos cereais a analisar, elaboração de ensaios e ajustamento de retas de calibração, assim como o tratamento estatístico dos dados.

Na determinação da humidade dos diferentes cereais de pequeno-almoço, foram verificados as correlações entre os valores medidos em estufa de acordo com o método em estufa e os valores determinados na termobalança. Foram ajustados modelos para avaliação da humidade recorrendo a espectroscopia de infravermelho próximo.

Para a determinação dos teores de açúcar foram utilizadas técnicas analíticas d cromatografia líquida e posteriormente efectuadas as calibrações com espectroscopia de infravermelho próximo.

Concluiu-se que a espectroscopia de infravermelho próximo é uma técnica analítica rápida e fiável na determinação da humidade e concentração de açúcares em cereais.

Palavras-chave: Espectroscopia de infravermelho próximo; Termobalança; Calibração; Validação

Abstract

This work will address rapid methods of food analysis (NIR and thermobalance) in context of factory, where there will be techniques for Near Infrared Spectroscopy (NIR) and techniques of calibration and validation of analytical methods for the sugar levels and moisture.

There will be presented techniques for selection and preparation of samples of cereals to analyze, drafting of tests and adjustment of straight calibration, as well as the statistical treatment of data.

In addition to the rapid technical analysis, laboratory methods will also be presented for the determination of moisture and total sugars.

In the determining of the moisture content of the different breakfast cereals, techniques were used near infrared spectroscopy and thermobalance. Where the reference values used were determined by the method of gases. The different cereals were taken to an oven for a specified time and temperature, in order to determine its moisture. To determine the sugar content was only used the technique of near infrared spectroscopy. Gas chromatography was used as a reference method. Having established that these techniques are beyond rapid and efficient models Calibration improve the determination of the moisture content and sugar.

It was concluded that the near infrared spectroscopy is a rapid and reliable analytical technique for the determination of moisture and sugar concentration in cereals.

Keywords: Near Infrared Spectroscopy; thermobalance; calibration; validation

Índice geral

Agradecimentos.....	ii
Resumo.....	iii
Abstract.....	iv
Índice de Figuras.....	vi
Índice de Tabelas.....	vii
Lista de Abreviaturas.....	viii
1.Introdução.....	1
2.Benefícios dos cereais de pequeno-almoço.....	2
3. Importância da determinação de açúcares e humidade.....	3
4.Métodos Quimiométricos.....	3
5.Espectroscopia de infravermelho próximo (NIR)	4
6. Termobalança.....	6
7. Material e métodos.....	7
7.1.Determinação da humidade.....	7
7.2.Determinação dos açúcares.....	7
7.3. Calibração dos valores de Humidade e Açúcares NIR.....	11
8. Resultados e Discussão.....	14
8.1. Termobalança.....	14
8.2.Espectroscopia de Infravermelho próximo.....	15
8.2.1 Açúcares totais.....	15
8.2.2 Humidade.....	18
9. Conclusão.....	22
10.Referências Bibliográfica.....	23

Índice de figuras

Figura 1 Absorção no infravermelho.....	5
Figura 2 HPLC.....	8
Figura 3 Seringa utilizada para a injeção da solução no HPLC e coluna do HPLC.....	9
Figura 4 Cromatograma da solução padrão.....	9
Figura 5 Cromatograma do cereal de pequeno-almoço A.....	11
Figura 6 Espectros de absorção na região NIR de Açúcares Totais de alguns cereais de pequeno-almoço (7502,2-4246,8cm ⁻¹)	12
Figura 7 Espectro de absorção na região NIR da Humidade de alguns cereais de pequeno-almoço (7502,2-6098,2 e 4601,6-4246,8 cm ⁻¹)	12
Figura 8 Listagem de pré-tratamentos realizados pelo software e apresentados segundo o erro de previsão associado a cada um dos tratamentos.....	13
Figura 9 Reta de calibração obtida pelo modelo PLS para a previsão do teor de açúcares totais de todas as amostras analisadas do cereal de pequeno-almoço A.....	16
Figura 10 Reta de calibração obtida pelo modelo PLS para a previsão do teor de açúcares totais de todas as amostras analisadas do cereal de pequeno-almoço B.....	16
Figura 11 Reta de calibração obtida pelo modelo PLS para a previsão do teor de açúcares totais de todas as amostras analisadas do cereal de pequeno-almoço C.....	16
Figura 12 Reta de calibração obtida pelo modelo PLS para a previsão do teor de açúcares totais de todas as amostras analisadas do cereal de pequeno-almoço D.....	17
Figura 13 Reta de calibração obtida pelo modelo PLS para a previsão do teor de açúcares totais de todas as amostras analisadas do cereal de pequeno-almoço E.....	17
Figura 14 Reta de calibração obtida pelo modelo PLS para a previsão da percentagem de Humidade de todas as amostras analisadas do cereal de pequeno-almoço A.....	18
Figura 15 Reta de calibração obtida pelo modelo PLS para a previsão da percentagem de Humidade de todas as amostras analisadas do cereal de pequeno-almoço B.....	18
Figura 16 Reta de calibração obtida pelo modelo PLS para a previsão da percentagem de Humidade de todas as amostras analisadas do cereal de pequeno-almoço C	18
Figura 17 Reta de calibração obtida pelo modelo PLS para a previsão da percentagem de Humidade de todas as amostras analisadas do cereal de pequeno-almoço D.....	19
Figura 18 Reta de calibração obtida pelo modelo PLS para a previsão da percentagem de Humidade de todas as amostras analisadas do cereal de pequeno-almoço E.....	19

Índice de tabelas

Tabela 1 Funções dos nutrientes presentes nos cereais de pequeno-almoço.....	2
Tabela 2 Peso da amostra e respetivas temperaturas e tempo para determinação da humidade em termobalança.....	7
Tabela 3 Toma para cada cereal de pequeno-almoço para determinação do teor de açúcar em HPLC.....	8
Tabela 4 Valores para fazer a solução padrão e a fase móvel.....	10
Tabela 5 Valores mínimos e máximos dos açúcares totais.....	10
Tabela 6 Percentagem de açúcares no cereal de pequeno-almoço A.....	11
Tabela 7 Valores das retas de calibração entre os valores da termobalança e do método de referência.....	14
Tabela 8 Representação das médias e desvio padrão para todos os valores de açúcares totais determinados pelo NIR, para cada cereal de pequeno-almoço.....	15
Tabela 9 Resumo dos parâmetros obtidos para o modelo PLS desenvolvido para a previsão do conteúdo em açúcares totais, considerando o conjunto global das amostras.....	17
Tabela 10 Representação das médias e desvio padrão para todos os valores de humidade, determinados pelo NIR, para cada cereal.....	18

Lista de abreviaturas

cm- centímetro

CP-Cereal de pequeno-almoço

FT-NIR- Transformada de Fourier

H- Humidade

HPLC- High-performance liquid chromatography -Cromatografia líquida de alta eficiência

min- minuto

ml- milímetro

NIR- Near Infrared- Espectroscopia de infravermelho próximo

P- peso

PCA- Principal Component Analysis- Análise Componentes Principais

PLS- Partial Least Squares- Minimos quadrados parciais

pkHt sample- altura do pico de açúcar na solução da amostra do cromatograma

pkHt STD- altura do pico de açúcar no padrão de calibração, l a partir do cromatograma

r^2 - correlação linear

RI- índice de refração

RMSECV- Root Mean Square Error of Prediction- Raiz quadrada do erro médio quadratic de previsão

Wt(g)-peso em gramas