

**Padronização do método
infravermelho para
determinação do teor de
água em grãos de *Zea mays***

República Federativa do Brasil

Luiz Inácio Lula da Silva

Presidente

Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento

Roberto Rodrigues

Ministro

Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária – Embrapa

Conselho de Administração

José Amauri Dimárzio

Presidente

Clayton Campanhola

Vice-Presidente

Alexandre Kalil Pires

Hélio Tollini

Ernesto Paterniani

Luis Fernando Rigato Vasconcellos

Membros

Diretoria–Executiva da Embrapa

Clayton Campanhola

Diretor-Presidente

Mariza Marilena Tanajura Luz Barbosa

Gustavo Kauark Chianca

Herbert Cavalcante de Lima

Diretores-Executivos

Embrapa Roraima

Antonio Carlos Centeno Cordeiro

Chefe Geral

Oscar José Smiderle

Chefe Adjunto de Pesquisa e Desenvolvimento

Miguel Amador de Moura Neto

Chefe Adjunto de Administração



Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária
Centro de Pesquisa Agroflorestal de Roraima
Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento

ISSN 0101 – 9805
Dezembro, 2003

Documentos 04

Padronização do método infravermelho para determinação do teor de água em grãos de *Zea mays*

Oscar José Smiderle
Natália Almeida Cezar
Rita de Cássia Pompeu de Sousa

Boa Vista, Roraima
2003

Exemplares desta publicação podem ser obtidos na:

Embrapa Roraima

Rod. BR-174 Km 08 - Distrito Industrial Boa Vista-RR

Caixa Postal 133

69301-970 - Boa Vista - RR

Telefax: (095) 626.7018

e_mail: sac@cpafrr.embrapa.br

www.cpafr.embrapa.br

Comitê de Publicações da Unidade

Presidente: Oscar José Smiderle

Secretário-Executivo: Bernardo de Almeida Halfeld Vieira

Membros: Evandro Neves Muniz

Hélio Tonini

Moisés Cordeiro Mourão de Oliveira Júnior

Patrícia da Costa

Paulo Roberto Valle da Silva Pereira

Normalização Bibliográfica: Maria José Borges Padilha

Editoração Eletrônica: Maria Lucilene Dantas de Matos

1ª edição

1ª impressão (2003): 300

SMIDERLE, O.J. ; CESAR, N. A.; SOUSA, R. de C.P. de.
Padronização do método infravermelho para determinação do
teor de água em grãos de *Zea mays*. Boa Vista: Embrapa
Roraima, 2003. 27 p. (Embrapa Roraima. Documentos, 4)

1. Determinação de teor de água. 2. Método Infravermelho.
3. Milho. I. Embrapa Roraima. II. Título. III Série

CDD: 633.15

Autores

Oscar José Smiderle

Eng. Agr. DSc. Pesquisador Embrapa Roraima, CP 133,
CEP69301970, e-mail: ojsmider@cpafrr.embrapa.br

Natália Almeida Cezar

Lic em Química. Especialista em Química, UFRR. Boa vista, RR

Rita de Cássia Pompeu de Sousa

Lic em Química., Esp. Em Química. Ass de Operações II, Embrapa
Roraima, Cx.P. 133, CEP 69300-970 Boa Vista – RR. E-mail:
rita@cpafrr.embrapa.br

Sumário

1. Introdução

07

1.1. Caracterização do Problema e Sua Importância

08

2. Revisão Bibliográfica

11

2.1. O Milho

11

2.2. Origem do Milho

12

2.3. Histórico do Milho

12

2.4. Milho – Cenário Nacional

13

2.5. Roraima para a Cultura do Milho

14

2.6. Determinação do Teor de Água nos Alimentos

15

2.7. Determinação do Teor de Água dos Grãos

15

2.8. Armazenagem

15

2.9. Moagem

16

2.10. Principais Métodos de Análises

16

2.11. Determinação da Curva de Secagem

17

2.12. Analisador de Umidade por Infravermelho – Balança de Umidade

17

2.13. Regras para Análises de Sementes

18

2.14. Conservação dos Alimentos Pelo Controle de Qualidade

19

2.15. Alterações por Agentes Físicos

19

2.16. Alterações por Microrganismos

20

2.17. Conservação por Frio

20

3. Material e Métodos

21

3.1. Obtenção do Material Experimental

21

3.2. Materiais e Equipamentos

21

3.3. Procedimento Experimental

21

3.3.1. Determinação do Teor de Água - Estufa a 105o C (Brasil,1992) – Grãos Inteiros

.....
21

3.3.2. Determinação do Teor de Água - Reflectância de Infravermelho – Grãos Inteiros

.....
22

3.3.3. Moagem do Grão de Milho

.....
22

3.3.4. Determinação do Teor de Água - Estufa a 105o C (Brasil,1992) – Farinha

.....
22

3.3.5. Determinação do Teor de Água - Reflectância de Infravermelho – Farinha

.....
23

4. Resultados e Discussão

.....
23

5. Conclusões

.....
26

6. Referências Bibliográficas

.....
26

Padronização do método infravermelho para determinação do teor de água em grãos de Zea mays

Oscar José Smiderle
Natália Almeida Cezar
Rita de Cássia Pompeu de Sousa

1. Introdução

O milho é um dos alimentos mais nutritivos que existem. Puro ou como ingrediente de outros produtos, é uma importante fonte energética para o homem. Ao contrário do trigo e do arroz, que são refinados durante seus processos de industrialização, o milho conserva a sua casca, que é rica em fibras, fundamental para eliminação das toxinas do organismo humano.

Além das fibras, o grão de milho é constituído de carboidratos, proteínas, vitaminas (complexo B), sais minerais (ferro, fósforo, potássio, cálcio), óleo e grandes quantidades de açúcares, gorduras, celulose e calorias.

Maior que as qualidades nutricionais do milho, só mesmo sua versatilidade para o aproveitamento na alimentação humana. Ele pode ser consumido diretamente ou como componente para fabricação de balas, biscoitos, pães, chocolates, geléias, sorvetes, maionese e até cerveja. Cultivado em todo país, é a matéria prima principal de vários pratos culinários como cuscuz, polenta, angu, bolos, canjicas, mingaus, cremes, entre outros. Além disso, a maior parte de sua produção é utilizada na alimentação animal ou chegando até nós através dos diversos tipos de carne (bovina, suína, aves e peixes) (www.abimilho.com.br, acessada no dia 20 março de 2003).

Praticamente, todos os alimentos contêm água em maior ou menor proporção. Há, por conseguinte, uma considerável variação no tocante à quantidade de água presente nos diferentes alimentos. Os cereais e castanhas apresentam um teor de água em torno de 10%, enquanto que os feijões e demais legumes secos, bem como as farinhas, possuem cerca de 10 a 12% (ABEAS, 1998).

A determinação do teor de água segundo as regras para análise de sementes (RAS) baseia-se na perda de água das sementes inteiras, secas à temperatura de $105\pm 3^{\circ}\text{C}$ por 24 horas. As normas prevêm ainda, a determinação com equipamentos de comprovada precisão, desde que permanentemente calibrados e aferidos com o método padrão de estufa, aceitando, neste caso, limite de tolerância entre o aparelho e o padrão de 1 ponto percentual (Tambara, et al., 2001).

Vários métodos estão disponíveis para a determinação do teor de água em alimentos. Um deles é o método que utiliza o infravermelho, apresentando como vantagens a rapidez da análise; a leitura direta com resultado imediato e o baixo custo de operação.

1.1. Caracterização do Problema e Sua Importância

Na última década a qualidade física, sanitária e nutricional dos grãos de milho passou a receber grande atenção devido a sua importância para quem produz, compra, armazena, processa e consome (Lazzari, 2001).

O milho é comercializado com base no seu peso e na sua qualidade, sendo que esta última tem grande impacto sobre o preço final recebido pelo produtor. O grão de milho é classificado de acordo com fatores de qualidade tais como: umidade, impurezas, matérias estranhas e grãos danificados. Algumas empresas adotam uma classificação mais detalhada e utilizam fatores adicionais de qualidade: limites para micotoxinas, insetos vivos, resíduos de inseticidas, proteínas, óleo, aminoácidos, cor do grão, textura e outros, dependendo do uso final que se dará ao grão (Lazzari, 2001).

Atualmente, com o avanço da tecnologia industrial, torna-se mais fácil obter-se produtos com maior qualidade física, sanitária e nutricional, porém toda melhoria requer aumento de custos e normalmente o mercado não paga por essa melhoria.

O recebimento e a classificação são os pontos mais críticos da comercialização para o produtor e para a empresa recebedora de grãos. Cargas de milho com percentuais bastante variáveis de umidade, impurezas, matérias estranhas e grãos danificados

(mofados e brotados) chegam às unidades armazenadoras vindo das mais diferentes propriedades. A classificação do grão de milho é baseada no que se denomina de 14 – 1 – 6, isto é, 14% de tolerância máxima para umidade, 1% para impurezas e matérias estranhas e 6% para grãos danificados (ardidos mais brotados) (Lazzari, 2001).

O teor de água do grão de milho é determinado por aparelhos eletrônicos e tem grande importância para alimentação humana e para indústria de rações, sendo primordial a sua correta determinação, pois caso contrário a colheita, a secagem, o armazenamento e a comercialização podem ser prejudicados.

O prestígio do produto alimentício se firma pelas qualidades que apresenta, por seu aspecto, pela idoneidade de seu fabricante e, sobretudo, pela uniformidade de seu padrão (Evangelista, 1994).

Diversos são os fatores que tem influência na composição dos alimentos de origem vegetal e entre eles pode-se citar: a constituição genética, condições de crescimento (solo, clima, irrigação, uso de fertilizantes, temperatura, luz solar, etc.), idade ou maturação na época da colheita e duração e condições de armazenamento. Frutos e vegetais da mesma variedade e grau de maturação podem apresentar composição diferente, como também, pode haver diferenças na composição entre as várias partes de um mesmo fruto ou vegetal. Além disso, variações podem ocorrer após a colheita em consequência de atividade fisiológica não controlada. O teor de água, nesses casos exerce uma considerável influência, tanto assim que as mudanças fisiológicas após a colheita são mais lentas nos cereais, legumes, nozes e sementes que têm mais baixo teor de água que os frutos e outros tipos de vegetais (ABEAS, 1998).

O conteúdo de umidade é freqüentemente um índice da estabilidade e qualidade do alimento. A determinação da água contida nos alimentos é de grande importância no controle da elaboração e da qualidade dos alimentos. A proporção de água pode indicar se um processo foi aplicado de forma correta, como por exemplo, na desidratação, liofilização etc; se houve adição fraudulenta de água no produto, como é o caso de mel, vinho, leite, etc. Além disso, a água desempenha um importante papel em muitas das reações de deterioração dos alimentos (ABEAS, 1998).

Os métodos diretos de determinação de umidade, como os da estufa e destilação, são aqueles em que a água é retirada para que se possa avaliar qual o teor existente. Já nos métodos indiretos, como os de resistência e capacitância, para se determinar o grau de

umidade, são relacionadas algumas propriedades físicas ou químicas com o teor de água. Os métodos de determinação de umidade indiretos são muitas vezes indispensáveis pela sua rapidez de execução, mas os equipamentos que os realizam, por serem eletrônicos, necessitam calibração mais constante (Luz et al., 1998).

O método da estufa (105 ± 3 °C por 24 horas) é o oficial e padrão para determinação de umidade e está dentro do grupo dos métodos diretos, que apesar de serem mais lentos, são mais precisos e servem como referência para calibrar os equipamentos baseados nos métodos indiretos (Luz et al., 1998).

O método da estufa, quando bem executado, aproxima-se mais do teor de água verdadeiro e por esta razão é aceito como oficial em diversos países produtores de grãos (Tambara et al., 2001).

Diversas são as metodologias disponíveis no mercado para a determinação do grau de umidade de grãos e sementes. A finalidade, rapidez, nível de exatidão e, principalmente, o custo determina qual a mais adequada para cada situação (Tambara et al., 2001).

São classificados como métodos de referência, aqueles que permitem remover a umidade sem causar alteração química no material testado. São consumidores muito precisos, mas, por sua difícil execução, dispêndio de tempo, alto custo, necessidade de laboratório sofisticado e mão de obra especializada são utilizados apenas no desenvolvimento e checagem de método de estufa. Estes são baseados na secagem de grãos inteiros ou moídos em estufas aquecidas por determinados períodos de tempo (Tambara et al., 2001).

Devido a sua praticidade, os métodos de rotina são aceitos como oficiais por entidades governamentais e organizações de diversos países sendo utilizados para aferição e calibração de aparelhos eletrônicos que em poucos minutos, fornecem o grau de umidade de diversos produtos agrícolas com exatidão variável. No Brasil, as Regras para Análise de Sementes (RAS), recomendam a utilização do método de estufa a 105 ± 3 °C por 24 horas para sementes inteiras (Tambara et al., 2001).

Os métodos preconizados pelas RAS são realizados pela Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária (EMBRAPA) em Roraima, que é credenciada pelo Ministério da Agricultura.

A utilização da balança de determinação de umidade, que determina com mais rapidez e menos custo os teores de água, agilizaria as análises, já que se obteria os resultados em

menor tempo e com custo reduzido. Para isso, basta se calibrar e fazer a padronização para grãos e sementes de diferentes espécies analisadas pelo laboratório de sementes da Embrapa Roraima.

O objetivo deste trabalho foi viabilizar a determinação do teor de água da matéria prima, milho, em balança com reflectância de infravermelho.

2. Revisão Bibliográfica

2.1. O Milho

O milho (*Zea mays L.*), da família das gramíneas, é originário provavelmente das regiões tropicais da América do Sul, de onde se espalhou pelas regiões subtropicais e temperadas do mundo, sendo cultivado em diversos países, inclusive o Brasil. É planta anual, de caule ereto, que chega a atingir até cinco metros de altura, portanto, a maior das plantas cerealíferas (<http://jangadabrasil.com.br/junho46/cp46060a.htm>, acessada no dia 19 de maio de 2003).

No milho nada se perde: o seu caule maduro é alimento para o gado; seco, o caule é ótimo combustível, queimando-se com muita facilidade, como uma fonte de furfural, que se utiliza para solventes; explosivos, "nylon", matérias plásticas diversas e borracha sintética empregada, ultimamente, na produção de fibras artificiais com boa força de tensão e propriedades semelhantes às da seda; os estigmas das suas flores hermafroditas são usados pela medicina oficial como poderoso diurético; Os grãos são reservas de amido, glicose, açúcar, óleo, dextrinas, álcool industrial e diversas bebidas alcoólicas. As fibras da haste têm sido aproveitadas na fabricação do papel. Os grãos são muito nutritivos, com uma elevada proporção de carboidratos, gorduras e proteínas digestíveis, servindo de alimento para os animais domésticos em geral. O milho, industrializado para fins alimentícios, fornece o fubá, a canjica, a canjiquinha e a maizena. (<http://jangadabrasil.com.br/junho46/cp46060a.htm>, acessada no dia 19 de maio de 2003).

Até a natureza foi zelosa para com o milho, pois suas espigas são envoltas em capas concêntricas de palha que resguardam os grãos, protegendo-os contra as intempéries e pragas. Os grãos acham-se inseridos num eixo cilíndrico feito de um tecido poroso que se chama, na linguagem popular, sabugo. Debulhada a espiga-de-milho, os sabugos não são atirados fora, pois podem ser queimados em fornalhas para a secagem de outros grãos.

Os países de maior produção mundial do milho, são, na proporção decrescente: Estados Unidos, China, Argentina, Brasil, Índia, México, África do Sul, Itália e URSS.

Depois da mandioca, o complexo etnográfico do milho é o mais vasto e com projeção folclórica pela culinária tradicional: pamonha, canjica, canjiquinha, mungunzá, pipoca, fubá, broa, espiga de milho verde assado, papa de milho verde, farinha de milho, cuscuz, cubu etc (<http://jangadabrasil.com.br/junho46/cp46060a.htm>, acessada no dia 19 de maio de 2003).

2.2. Origem do Milho

A origem da planta de milho segue sendo ainda hoje um mistério, por mais que os estudiosos se esforcem em esclarecer por diferentes pontos de vista. Somente podemos afirmar, que era o alimento básico das culturas americanas muitos séculos antes dos europeus, chegarem ao novo mundo.

Há provas concludentes, descobertas por arqueólogos paleobotânicos, de que no vale de Tehuacán, no sul do México já se cultivava milho aproximadamente a 4.600 anos. Nos tempos precolombinos a sua extensão ia desde o Chile até ao Canadá Oriental. Já existiam muitas variedades principais e até mereciam respeito religioso de vários povos primitivos (<http://www.agropage.hpg.ig.com.br/milho/historicomilho.htm>, acessada no dia 19 de maio de 2003).

Com o descobrimento da América foi introduzido nos países mediterrâneos donde se difundiu rapidamente pelo mundo.

2.3. Histórico do Milho

A História do milho, é tão diferente de qualquer planta silvestre conhecida, que é impossível considerar uma espécie atual como sua antepassada. Com efeito, a planta foi selecionada para grão e para outros produtos e hoje não sobreviveria se o homem não a cultivasse. E vice-versa, pode dizer-se que o homem do Novo Mundo não podia permitir o descuido do milho, já que era o alimento base em quase toda a América, antes desta ser descoberta por Colombo. As autoridades não estão de acordo quanto ao lugar de origem do milho, no entanto a maioria concorda em que se estende desde o centro dos Andes, no noroeste da América do Sul, até o outro centro, ao norte da América Central e México. Há outra teoria sobre a possibilidade de que o milho possa ter cruzado o Pacífico tropical, desde a área de Burma, com os navegadores, para começar a sua carreira espetacular

desde a costa Peruana. É possível que nunca saibamos como foram os verdadeiros começos desta importante gramínea, mas desde os tempos históricos que a vemos progredir rapidamente até aos nossos dias, em que o mundo depende de muitos milhões de toneladas de um cereal que não pode existir sem ser cultivado

(<http://www.agropage.hpg.ig.com.br/milho/historicomilho.htm>, acessada no dia 19 de maio de 2003).

Em escavações geológicas, arqueológicas e datações, encontram-se espigas de milho, que pelo método do carbono 14, indicam-nos que um tipo de milho primitivo era consumido no México a 7.000 anos. Os processos de mutação e seleção natural em conjunto com os indígenas americanos transformaram progressivamente certas variedades selvagens de milho em plantas cultivadas. A partir da década de 30, o desenvolvimento do processo de hibridação do milho deu origem a um incremento espetacular na produção deste cereal.

2.4. Milho – Cenário Nacional

A produção nacional de milho rende, em média, 2,6 toneladas por hectare, enquanto que a produção mundial alcança a marca de 6,5. Mas, o desempenho nacional nesse campo pode atingir patamares mais ousados. Esta esperança vem de pesquisas realizadas pelo Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística (IBGE), que revela um potencial do país para produzir mais de 40 milhões de toneladas anuais de milho na mesma área cultivável (www.abimilho.com.br, acessada no dia 20 março de 2003).

Devido à fácil adaptação, o milho é atualmente cultivado na maior parte do território nacional, seu plantio é melhor distribuído e tecnicamente preparado nos estados do Paraná, Rio Grande do Sul, Minas Gerais, São Paulo, Santa Catarina e Goiás.

A área cultivada no Brasil pouco variou ao longo das últimas décadas, permanecendo na faixa de 9 a 13,69 milhões de hectares. O que realmente modificou foi o rendimento médio por área, que teve um incremento de 88%.

O avanço tecnológico, bem como a oferta de variedades melhor adaptadas, foram os principais fatores que colaboraram para o bom desempenho da cultura. Ainda assim, a cultura tem espaço para atingir seu potencial produtivo, se forem adotados alguns critérios técnicos como: escolha dos cultivares mais bem adaptados às condições de cultivo, semeadura preferencial para região, emprego de espaçamento e densidade que

proporcione população de plantas compatíveis com a tecnologia empregada, controle eficiente de plantas daninhas e pragas e, também, manejo adequado do solo (www.abimilho.com.br, acessada no dia 20 março de 2003).

A produção agrícola do cereal está alicerçada em competentes setores de fornecimento de insumos, muito embora as relações de preço insumo/produto nem sempre sejam favoráveis à sua plena utilização. Na unidade produtiva há muito espaço para melhorarias de qualidade e ganhos de produtividade. Verifica-se alguns segmentos de produtores marginalizados e fragilizados, principalmente, pela dificuldade de acesso às informações e aos fatores de produção. À jusante da propriedade a cadeia do milho caracteriza-se pela diversidade de subprodutos gerados, próximos de 600, com maior participação enquanto componente de rações para alimentação animal. Isso resulta em importantes inter-relações com outras cadeias produtivas, principalmente das carnes (aves, suínos e bovinos), do leite e seus derivados. Em que pese a modernização tecnológica de boa parte dos setores "depois da porteira", há ainda possibilidade de intervenções, públicas e/ou privadas, no sentido de melhoria dos processos de conservação e transformação do produto que seguramente resultaria em benefícios qualitativos à cadeia como um todo (www.pr.gov.br/cadeias/milho.html, acessada no dia 19 de maio de 2003).

2.5. Roraima para a Cultura do Milho

O cultivo do milho nos cerrados do Estado está recém começando, com uma área plantada de, aproximadamente, 1.000 hectares por ano, a partir de 2000, com produtividade variando entre 70 e 80 sacos por hectare (4.200 a 4.800 kg/ha). Sua expansão, entretanto, está atrelada à expansão da cultura da soja, que vem dobrando a área plantada ano após ano, sendo o milho a primeira opção para a rotação de cultivos (Gianluppi, et al., 2000).

Como potencial para produção, Roraima possui cerca de 1.500 mil hectares de cerrados, com características de vegetação e topografia que favorecem a mecanização completa do processo produtivo (Gianluppi, et al., 2000).

Entre as alternativas para o aproveitamento agrícola dessas áreas de cerrado, o milho inclui-se como opção, por apresentar boa adaptação e produtividade, ter bom valor econômico, possibilitar a rotação de culturas e dispor de tecnologias de produção compatíveis com as condições edafoclimáticas do Estado (Gianluppi, et al., 2000).

2.6. Determinação do Teor de Água nos Alimentos

A exatidão nas determinações de umidade pode ser dificultada pelo fato de que, quando se procede à separação de água no produto, pode haver concomitante decomposição de outras substâncias, perda de constituintes voláteis ou fixação do oxigênio do ar, quando a determinação é feita por pesagem do resíduo seco (ABEAS, 1998).

De um modo geral, a maior ou menor facilidade na determinação do teor de água de um alimento, dependerá das condições em que a água se encontre, bem como da natureza de outras substâncias presentes. A água pode estar presente nos alimentos sob a forma de água livre, adsorvida e em combinações químicas (ABEAS, 1998).

Tanto a natureza dos alimentos como seu teor aquoso apresentam muitas variações, razão por que não é possível aplicar indistintamente qualquer método analítico a um produto alimentício. É, por conseguinte, necessário utilizar um método adequado em cada caso, a fim de obter dados reais (ABEAS, 1998).

2.7. Determinação do Teor de Água dos Grãos

O teor de água dos grãos exerce profunda influência nas suas propriedades físicas, sendo da maior importância em armazenamento, manipulação e processamento destes materiais e, é o principal fator que governa as qualidades do produto armazenado, sendo de grande importância, também, do ponto de vista comercial. A quantidade de água contida nos grãos pode alterar substancialmente o peso do produto negociável (Embrapa, 1983).

2.8. Armazenagem

A qualidade dos produtos colhidos ou abatidos para posterior consumo ou processamento depende de adequada armazenagem. Instalações adequadas ao tipo de produto, ao tempo de armazenagem, com estrutura de recebimento e separação para produtos com qualidades diferenciadas são fundamentais que sejam desenvolvidas (Bacaltchuck, 1999).

O armazenamento de matérias-primas segue quase as mesmas regras ditadas para o armazenamento de produtos, no que diz respeito à temperatura, umidade e composição da atmosfera. O tempo de armazenamento de matérias primas, a não ser em casos especialíssimos, é de curto prazo, o necessário para aguardar o seu aproveitamento no processo (Evangelista, 1994).

As condições de armazenamento não são aplicadas generalizadamente, pois os diferentes tipos de matéria-prima, por suas próprias características, reclamam procedimento específico e a desobediência nessas normas certamente provocará na matéria-prima alterações prejudiciais de seus caracteres organolépticos, principalmente dos que se referem ao seu sabor e odor (Evangelista, 1994).

A deterioração da matéria-prima ocorre, como comumente acontece com os alimentos, por ação de organismos vivos (insetos, microrganismos etc.), por processos físicos (fenômenos resultantes de congelamento, recristalização etc.) e por influência biológica (respiração, rancificação, etc.), principalmente, quando se trata de matérias-primas perecíveis, a sua conservação é feita através de câmaras a distintos graus de temperatura (Evangelista, 1994).

2.9. Moagem

A moagem deve ser feita numa porção da amostra média (100 g para espécies que devem ser moídas), antes da obtenção das duas subamostras (amostra duplicada) que é indicada para sementes grandes como as de milho, a menos que seu conteúdo em óleo torne difícil esta operação ou sejam passíveis de ganho de peso pela oxidação (Brasil, 1992).

As sementes de cereais e de algodão exigem moagem em textura fina; no mínimo 50% do material moído deve passar através de uma peneira de malha de 0,5mm, e não mais que 10% deve permanecer em peneira de 1,0mm (Brasil, 1992).

2.10. Principais Métodos de Análises

Há uma grande variedade de métodos utilizados para a determinação do teor de água, em alimentos. Os mais usados são os seguintes: separação da água pelo calor; por agentes dessecantes e por destilação com líquidos imiscíveis (ABEAS, 1998). Neste trabalho será enfocada a separação da água pelo calor.

O aquecimento direto da amostra à temperatura de 100-105°C é o processo mais usual, e o resíduo obtido chamado resíduo seco ou sólido total. Portanto, desde que somente a água tenha sido removida, admite-se uma estreita relação entre o conteúdo aquoso e o extrato seco de um produto, e que ambos se completam.

Nos métodos de secagem em estufa, a amostra é aquecida sobre condições específicas, e a perda de peso é usada para calcular o teor de água da amostra. O valor do teor de água obtido é altamente dependente do tipo de estufa usada, condições na estufa, e o tempo de temperatura de secagem.

Para alimentos que se decompõe quando aquecidos à temperatura de 100-105°C, por um longo período de tempo, como é o caso de frutas e produtos contendo açúcares, nos quais pode haver caramelização ou decomposição dos açúcares com perda d'água, a dessecação do produto é feita, utilizando-se uma estufa a vácuo à temperatura de 70-80°C, durante aproximadamente 6 horas e a pressão de 100 mm de Hg ou menos, até obtenção de peso constante.

Secagem por Lâmpada Infravermelha

Um outro método de determinação do teor de água, por perda de peso, é o que utiliza uma balança especial provida de uma lâmpada infravermelha. A amostra é colocada no prato da balança e o tempo é regulado em 10 ou 15 minutos. Liga-se o aparelho e decorrido este tempo, a leitura é feita diretamente em porcentagem de umidade do alimento, na escala da balança. Este processo apresenta algumas vantagens, sendo que a principal é a rapidez com que são fornecidos os resultados. É necessário frisar, entretanto, que a balança deve ser padronizada para os diferentes tipos de alimentos. Esta padronização diz respeito à altura da fonte geradora de calor, assim como, ao tempo de exposição do material à ação térmica.

2.11. Determinação da Curva de Secagem

Preparar uma curva de secagem consiste em secar uma amostra e anotar a porcentagem de umidade perdida desta amostra em um intervalo de tempo predeterminado. Na maioria dos casos, o intervalo de tempo de um minuto é suficiente. Para materiais de secagem lenta, 2 minutos ou até 5 minutos de intervalo são satisfatórios. Para efetuar um teste de secagem com maior eficiência, as curvas devem ser feitas em várias temperaturas. Quanto maior a temperatura, mais rápida será a secagem da amostra (Ohaus, MB200).

2.12. Analisador de Umidade por Infravermelho – Balança de Umidade

É a combinação de uma balança semianalítica e um secador por infravermelho que permitem obter medições de umidade de alta precisão através de simples operações (Fig.1).



Foto: Oscar José Smiderle

Fig.1. Balança de Umidade

2.13. Regras para Análises de Sementes

As análises de sementes e grãos feitas nos laboratórios agrônômicos seguem regras nacionais ou internacionais de padronização, seja de teor de água, sólido totais ou outros.

No Brasil, as Regras para Análises de Sementes (RAS), preconizam a utilização de métodos de estufa a 105°C por 24 horas para sementes inteiras. O Canadá e os Estados Unidos utilizam a metodologia de estufa para sementes inteiras 103°C por 72 horas ou para amostras trituradas 130°C por 04 horas, preconizadas pela American Society of Agricultural Engineering (ASAE) (Tambara, 2001).

As regras internacionais para determinação de umidade do arroz em estufa estabelecem que este deve ser triturado e secado a 130°C/2 horas (CSSA, 1989 e Ministério da Agricultura, 1976) (Luz et al., 1998).

2.14. Conservação dos Alimentos Pelo Controle de Qualidade

A água é um dos componentes dos alimentos que os microrganismos mais necessitam para o seu desenvolvimento. A maioria dos alimentos contém suficiente umidade para permitir a ação de suas próprias enzimas e de microrganismos que nele se encontram, de modo que, para preservá-los, faz-se necessária a remoção da maior quantidade de água possível (Silva, 2000).

A secagem de alimentos é uma das operações que o homem conhece desde a mais remota antiguidade. Provavelmente, este antigo método de conservar alimentos passou a ser usado a partir do momento em que o homem primitivo deve ter verificado que os grãos de cereais, feijões e ervilhas, sendo secos naturalmente no campo, poderiam ser armazenados por longos períodos. Ao imitar esta forma natural, o homem desenvolveu a secagem como um modo prático de conservar outros produtos, como carnes, peixes, frutas e condimentos (Baruffaldi, 1998).

A conservação de alimentos pelo controle de umidade é conseguida pelas operações de concentração, secagem e desidratação (Baruffaldi, 1998).

Quando se trata de grãos, a secagem é a técnica utilizada, seja ela natural ou mecânica, para a diminuição do teor de água dos grãos até níveis adequados para o armazenamento, que é de 12 a 13%, sendo a melhor para sua conservação (Embrapa, 1991).

2.15. Alterações por Agentes Físicos

São alterações encontradas em alimentos e produtos alimentícios, com destruição de suas qualidades. Muitos fatores são responsáveis por estas alterações de alimentos, que ocorrem através de desidratações, de operações de manuseio, de queimaduras por exposição ao frio, de pressão e de condições inadequadas de transporte e armazenamento. Como exemplos de alterações do estado físico de produtos alimentícios, podem ser citadas as alterações por mudança de temperatura durante seu armazenamento e as alterações por luz solar, onde certos alimentos quando expostos à luz solar, adquirem sabores desagradáveis (Evangelista, 1994).

2.16. Alterações por Microrganismos

Pelas suas características, as maiores partes dos alimentos e dos produtos alimentícios são facilmente alteráveis pelos microrganismos. Essas alterações podem ocorrer no transcurso das etapas que vão da sua produção, até aquela em que são ingeridos. O tipo de alteração microrgânica é, de todas as alterações alimentares, a que mais danifica o alimento, transformando-o de tal modo em suas qualidades, que o seu consumo se torna, às vezes, inteiramente condenado (Evangelista, 1994).

Os grãos de cereais, principalmente os de trigo, do milho e do centeio, podem ser alterados por microrganismos precedentes do solo, dos processos de seu beneficiamento ou do seu armazenamento inadequado. Apesar do seu elevado teor protéico e glicídico, os grãos de cereais não constituem meio apropriado ao desenvolvimento de microrganismos, devido ao seu pequeno conteúdo aquoso. As alterações microrgânicas dos grãos de cereais só poderão instalar-se quando faltarem os cuidados indispensáveis que lhes devem ser dispensados (Evangelista, 1994).

Os graus de umidade, por exemplo, colaboram para que os microrganismos tenham franco crescimento nos grãos de cereais; com grande teor de água, o meio torna-se favorável ao desenvolvimento de bactérias e de leveduras, ao contrário dos mofos, que requerem quantidade bastante pequena de umidade (Evangelista, 1994).

2.17. Conservação por Frio

No método de conservação por frio, os processos empregados são: pré-refrigeração, refrigeração, congelação, supergelação e liofilização (Evangelista, 1994).

As altas e baixas temperaturas, isto é, o calor e o frio, constituem a base de vários processos de conservação de alimentos e de produtos alimentícios, com o propósito de manter, o mais possível as quantidades indispensáveis para sua perfeita ingestão. É de bastante complexidade situar tudo o que se relaciona com a tecnologia da produção de calor e de frio, com o mecanismo dos processos empregados e baseados em temperaturas, com o comportamento dos alimentos e a repercussão, sobre estes, da interferência industrial. O frio, nada mais é, do que a graduação de calor, como a que existe entre água quente e fervente ou entre a água fervente e a temperatura de um arco elétrico (Evangelista, 1994).

Apoiado nesse princípio verifica-se que os processos de conservação por baixas temperaturas se realizam por extração de calor. As baixas temperaturas, em seus diversos graus, exercem ação direta sobre microrganismos, que, em sua temperatura sensível, ficam inibidos ou destruídos; também o frio, em seus níveis correspondentes, retardam ou anulam as atividades enzimáticas e as reações químicas. Quanto mais baixa é a temperatura, mais eficiente é a sua ação conservadora (Evangelista, 1994).

3. Material e Métodos

3.1. Obtenção do Material Experimental

O milho BR 106, matéria prima coletada e utilizada na análise, foi produzido no campo experimental Serra da Prata (Mucajaí-RR) em 2002, pertencente à Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária (Embrapa Roraima), foi colhido, beneficiado manualmente e mantido em câmara fria com temperatura média de 16,5°C e umidade relativa do ar de 65% por seis meses.

3.2. Materiais e Equipamentos

Os materiais e equipamentos utilizados foram os seguintes:

- Balança de determinação de umidade (modelo MB200); -Balança analítica (modelo Oertling LA164); -Moinho Willey; - Estufa (fabricação De Léo e Cia. LTDA); - Termômetro (200°C); - Dessecador de vidro; - Cápsulas de metal com tampas; - Prato de alumínio; - Saco plástico; - Luvas descartáveis; - Pinça (garra);
- Colher descartável; - Grãos de milho.

3.3. Procedimento Experimental

3.3.1. Determinação do Teor de Água - Estufa a 105° C (Brasil, 1992) – Grãos Inteiros

Três cápsulas de metal devidamente tampadas foram colocadas em estufa calibrada a 130 °C admitindo variação de ± 3 °C durante uma hora. Após esse período, as mesmas foram retiradas da estufa, colocadas num dessecador por 30 minutos e em seguida pesadas em balança analítica que foi tarada para pesar-se 10 g de grãos de milho. Estas cápsulas, com os grãos de milho, foram mantidas tampadas em estufa a 105 ± 3 °C,

durante 24 horas. Decorrido este período as cápsulas com as amostras foram retiradas da estufa e colocadas em dessecador por 15 minutos, procedendo-se então à pesagem. Foi determinado, em seguida, o teor de água da amostra pela diferença de peso de grãos úmidos e secos.

3.3.2. Determinação do Teor de Água - Reflectância de Infravermelho – Grãos Inteiros

Na balança de determinação de umidade com infravermelho foram utilizadas amostras de grãos de milho em 03 repetições, que foram colocadas em um prato de alumínio próprio dessa balança, previamente tarado e contendo 10g de grãos de milho onde registrou-se a massa inicial de cada amostra. Tomando-se como base o trabalho sobre Teor de Água por Reflectância de Infravermelho em Grãos de Soja (Silva, 2003). Decidiu-se testar as amostras utilizando-se dos mesmos parâmetros (soja inteira por 35 minutos a temperatura de 160 °C) e comparando-os com o método padrão da estufa. Sendo assim, programou-se primeiramente a balança a 160 °C durante 35 minutos e posteriormente de 161 a 165 °C durante 40 minutos. Então, incidiu-se a radiação infravermelha sobre a amostra e obteve-se ao final do tempo estipulado os valores, em porcentagem, dos teores de água e sólidos totais registrados no visor da balança.

3.3.3. Moagem do Grão de Milho

Os grãos de milho foram coletados da câmara fria, 06 amostras de 20,0 gramas em sacos plásticos que foram imediatamente fechados para não obterem umidade do ar. Em seguida levadas para pesagem em balança analítica. Após pesagem moeu-se o grão de cada amostra em moinho com peneira de 2mm, por um período de \pm 5 minutos para obter-se a farinha de milho, que foi novamente embalada em sacos plásticos, pesada e armazenada em dessecador.

3.3.4. Determinação do Teor de Água - Estufa a 105° C (Brasil,1992) - Farinha

Realizou-se o mesmo procedimento utilizado para grãos de milho com amostras de farinha de milho em 06 repetições.

3.3.5. Determinação do Teor de Água - Reflectância de Infravermelho – Farinha

Na balança de determinação de umidade com infravermelho utilizou-se amostras de farinha de milho em 06 repetições, colocadas em um prato de alumínio próprio dessa balança, previamente tarado e contendo 10g da farinha registrando-se a massa inicial de cada amostra. Programou-se primeiramente a balança a 105° C durante 15 minutos e posteriormente 130°C durante 30 minutos. Então, incidiu-se a radiação infravermelha sobre a amostra e obteve-se ao final do tempo estipulado os valores, em porcentagem, dos teores de água e sólidos totais registrados no visor da balança.

O delineamento experimental utilizado nos testes realizados foi o inteiramente casualizado, com seis repetições. A análise de variância das médias dos resultados de umidade foram comparados pelo teste Tukey a 5% de probabilidade, utilizando-se o sistema de análise estatística – SANEST (Zonta & Machado, 1984).

4. Resultados e Discussão

As RAS orientam que se façam análises de espécies vegetais que apresentam sementes grandes como é o caso do milho (*Zea mays*) com moagem obrigatória, pelo método da estufa a 130°C constante (Brasil,1992). Entretanto pela indisponibilidade do equipamento (estufa) devidamente aferido que possa manter a temperatura constante desejada, tornou-se impraticável fazer essas análises à alta temperatura.

A Tabela 1 apresenta os valores dos percentuais de umidade de amostras de grãos de milho inteiros, obtidos pelo método convencional e por balança com radiação infravermelha, observa-se que esses valores são completamente distintos.

Tabela 1. Resultados médios* do teor de água (%) da matéria-prima, milho (grão inteiro) obtidos em estufa 105±3 °C por 24 horas e balança de umidade 160±3 °C por 35 minutos.

Amostras	Estufa	Infravermelho
Média	10,1	5,9

* média de 3 repetições.

Conforme consta na Tabela 1 verifica-se que utilizando 35 minutos em temperatura de 160° C, não se obteve pela balança de infravermelho teor de água que fosse possível

uma correlação entre os dois métodos. Ocorreu uma variação de 41,6%, quando se comparou o resultado do infravermelho com estufa a 105 ± 3 °C por 24 horas.

A técnica utilizada para determinação do teor de água por Reflectância de Infravermelho em Grãos de Soja (Silva, 2003) não pode ser empregada de forma similar para grãos de milho inteiros. O que demonstra a real necessidade de calibração da balança para diferentes materiais.

Os testes seguiram variando a temperatura, utilizando-se tempo de 40 minutos, mantendo o peso constante, ou seja, 10 g e comparando-os com o teor de água obtido em estufa 105 ± 3 °C por 24 horas. Os resultados obtidos estão apresentados na Tabela 2.

Tabela 2. Resultados médios* do teor de água (%) da matéria-prima, grãos de milho em balança de determinação de umidade e na estufa por 40 minutos com variação de temperatura.

Amostras	Temperatura (°C)	Infravermelho	Estufa
1	161	6,7	
2	162	6,9	
3	163	7,6	10,01
4	164	7,3	
5	165	7,6	

* média entre 03 repetições.

Mesmo com variação da temperatura de 161 a 165 °C e aumento do tempo de 35 minutos para 40 minutos comprovou-se mais uma vez que não há correlação entre os métodos quando se utiliza grão de milho inteiro. Pois a variação de 24,7 % encontrada para o teor de água obtido por reflectância, na temperatura de 165 °C, ainda torna inviável qualquer comparação entre os métodos.

Estes resultados também indicam que os grãos de milho precisam ser triturados para que, como farinha, seja possível utilizar a balança por infravermelho como método para determinação do teor de água.

Como base no método disponibilizado no manual da balança de umidade (Ohaus, MB200) para determinação do teor de água em farinha, utilizou-se a temperatura de 105°C e o tempo de 15 minutos para serem comparados com os resultados obtidos através de estufa. Na Tabela 3 estão apresentados os resultados obtidos em cada método utilizado.

Tabela 3. Resultados médios* do teor de água (%) da matéria-prima, (farinha de milho) obtidos em estufa $105\pm 3^{\circ}\text{C}/24$ horas e balança de infravermelho a $105\pm 3^{\circ}\text{C}/15$ min.

Amostra	Estufa	Infravermelho
1	10,6	7,8

* média entre 03 repetições.

Com esses resultados, Tabela 3, verifica-se variação de 26,4% entre os métodos. Portanto o método disponibilizado no manual (Ohaus, MB200) não pode ser utilizado para determinação do teor de água da farinha de milho, para os tempos e temperaturas testadas.

Devido à falta de semelhança de resultados entre os dois métodos testados, resolveu-se utilizar como base a metodologia de estufa para amostras trituradas, preconizada pela American Society of Agricultural Engineering (ASAE)(Tambara et al., 2001), a qual indica 130°C por 04 horas. Assim, os testes foram reiniciados utilizando-se como parâmetro a temperatura de 130°C e tempo inicial de 30 minutos (Tabela 4).

Pelos resultados apresentados (Tabela 4) observa-se que os valores do teor de água obtidos da matéria-prima (farinha de milho) são semelhantes não diferindo estatisticamente dos obtidos na estufa (Tabela 5), o que confirma a precisão do método a 30 minutos. Portanto atendem às normas, que prevêm a determinação do teor de água com equipamentos de comprovada precisão, desde que estejam calibrados e aferidos com o método padrão da estufa a $105\pm 3^{\circ}\text{C}$ por 24 horas e que também apresentem um limite de tolerância de 1% entre o aparelho e o padrão.

Tabela 4. Resultados do teor de água (%) da matéria-prima, (farinha de milho) obtidos em estufa $105\pm 3^{\circ}\text{C}$ por 24 horas e balança de infravermelho a $130\pm 3^{\circ}\text{C}$ por 30 min.

Repetições	Estufa	Infravermelho
I	10,8	10,5
II	10,6	10,6
III	10,7	10,4
IV	10,3	10,5
V	10,6	10,5
VI	10,6	10,5
Média	10,6a	10,5a
CV. %	1,20	
DMS (TUKEY)	0,1627	

Tabela 5. Quadro de análise de variância do experimento.

Causas de Variação	G. L.	S. Q.	Q. M.	F
Tratamentos	1	0,0300	0,0300	1,88 ns*
Resíduo	10	0,1600	0,0160	
Total	11	0,1900		

*ns= não significativo

Após a obtenção destes resultados, o método de determinação do teor de água para milho poderá ser realizado e os resultados informados no mesmo dia. O método com a utilização de balança de infravermelho facilita e muito o monitoramento e a elaboração de curvas de secagem (Ohaus, MB200) de uma massa de grãos de milho. O que pode aumentar as vantagens da sua utilização por diminuição de custos e perda de qualidade na secagem de sementes de milho.

5. Conclusões

- a) A técnica utilizada para determinação do teor de água por Reflectância de Infravermelho não pode ser empregada para grãos de milho inteiros.
- b) A balança com infravermelho a $130^{\circ}\pm 3^{\circ}\text{C}$ por 30 minutos, é eficiente para determinação do teor de água em farinha de milho e pode ser utilizada como método alternativo ao da estufa.

6. Referências Bibliográficas

Associação Brasileira de Educação Agrícola Superior – ABEAS. Módulo 9 – Análises Químicas, Físicas e Microbiológicas de Sucos e Polpas Tropicais. Brasília: 1998. p. 124.

BACALTCHUK, B. Qualidade dos Alimentos Exigida pelos Consumidores do Século XXI. In: Conferência Brasileira de Pós-Colheita. Anais...Passo Fundo: RS. 1999. p. 13 –22.

BARUFFALDI, R.; OLIVEIRA, M. N.; *Fundamentos de Tecnologia de Alimentos*, Atheneu: São Paulo, 1998.

BRASIL. Ministério da Agricultura e da Reforma Agrária. **Regras para Análise de Sementes**. Brasília: SNDA/DNDV/CLAV, 1992. 365 p.

EMBRAPA. Centro Nacional de Pesquisa de Milho e Sorgo. Manual Técnico: Cultura do Milho. Brasília, EMBRATER, 1983. 302p. ilustr. (EMBRATER. Articulação Pesquisa – Extensão, 3)

EMBRAPA. Unidade de Execução de Pesquisa de Âmbito Estadual de Dourados (MS). Milho: Informações Técnicas. Dourados 1991. 198p. (Embrapa – UEPAE Dourados. Circular Técnica, 20)

EVANGELISTA, J. *Tecnologia de Alimentos*. 2ª ed. Atheneu: São Paulo, 1994.

GIANLUPPI, D.; GIANLUPPI, V.; SMIDERLE, O. J. **Recomendações Técnicas para o Cultivo do Milho nos Cerrados de Roraima**. Boa Vista, EMBRAPA-CPAF. 2002. 24p. (EMBRAPA-CPAF, Circular Técnica, 1).

LAZZARI, F. A. **A Importância da Qualidade Física, Sanitária e Nutricional de Grãos e Subprodutos**. In: SEMINÁRIO NACIONAL DE MILHO SAFRINHA, 6.; CONFERÊNCIA NACIONAL DE PÓS COLHEITA, 2.; SIMPÓSIO EM ARMAZENAGEM QUANTITATIVA DE GRÃOS DO MERCOSUL, 2., 2001, Londrina. Valorização da Produção e Conservação de Grãos no Mercosul: Resumos e Palestras. Londrina: FAPEAGRO, 2001.

LUZ, C.; BAUDET, L.; FRANDOLOSO, V.; **Determinação do Teor de Água de Sementes de Arroz por Secagem com Microondas**; *Revista Brasileira de Sementes*, vol. 20 no 1, p. 70-74-1998.

OHAUS. Balança de Determinação de Umidade, Modelo MB 200. **Manual do Usuário**.

SILVA, J. A. *Tópico da Tecnologia de Alimentos*, Varela: São Paulo, 2000.

SILVA, S. L. Teor de Água por Reflectância de Infravermelho em Grãos de Soja. Boa Vista: UFRR 2003. Monografia de Especialização, 32 p.

TAMBARA, S. V. B.; DALPASQUALE, V. A.; BRACCINI, A. L.; SCAPIM, C. A. **O Real Valor de Umidade dos Produtos Agrícolas**, Grãos 2001, p 40-42.

ZONTA, E.P.; MACHADO, A.A. **Sistema de análise estatística para microcomputadores** – SANEST. Pelotas, 1984. (disquete)

<http://jangadabrasil.com.br/junho46/cp46060a.htm>, acessada no dia 19 de maio de 2003.

<http://www.agropage.hpg.ig.com.br/milho/historicomilho.htm>, acessada no dia 19 de maio de 2003.

www.abimilho.com.br, acessada no dia 20 março de 2003.

www.pr.gov.br/cadeias/milho.html, acessada no dia 19 de maio de 2003.



Roraima

MINISTÉRIO DA AGRICULTURA,
PECUÁRIA E ABASTECIMENTO

