NOTA TÉCNICA

DETERMINAÇÃO DE UMIDADE EM GRÃOS DE URUCUM (*Bixa orellana L.*)[1]

Bianka Mellanie Alves Bezerra[2]; Paulo Eduardo da Rocha Tavares[3]; Marta Gomes da Silva[4]; Paulo Roberto Nogueira Carvalho[5]

Resumo

O urucum (Bixa orellana L) é uma planta nativa do Brasil. De suas sementes são extraídos os pigmentos responsáveis por um dos corantes mais utilizados pelas indústrias de alimento e para a produção do coloral, um condimento muito utilizado na culinária doméstica nacional. Uma das maiores preocupações dos produtores e das indústrias que trabalham com essa cultura é a umidade das sementes durante o armazenamento. Para a avaliação dessa umidade têm sido muito utilizadas balanças com aquecimento por infravermelho. A utilização desse método tem como justificativa a simplicidade e a rapidez. Como buscávamos um método com essas características para a determinação de umidade em sementes de urucum, realizamos um estudo para avaliar a equivalência dessa metodologia com o método de referência de análise de umidade utilizando estufa ventilada. Os resultados indicaram que o uso de balanças com aquecimento por infravermelho para análises de umidade em sementes de urucum pode apresentar resultados significativamente diferentes dos obtidos com o uso de estufas ventiladas.

Palavras-chaves: Urucum, umidade, análises.

Abstract

Annatto (*Bixa orellana L*) is a Brazil native plant. From its seeds are extracted the pigments responsible for a dyes most used by the food industries and for the production of *coloral*, a condiment widely used in domestic cooking. One of the major concerns of producers as well as industries working with this crop is seed moisture during storage. For the assessment of this humidity, balance with infrared have been widely used. The use of this method is justified by simplicity and speed. As we were looking for a method with these characteristics to determine moisture in annatto seeds we carried out a study to evaluate the equivalence of this methodology with the reference method of moisture analysis using a ventilated stove. The results indicated that the use of balance with infrared for analysis of annatto seed moisture may present results significantly different from those obtained with the use of ventilated stove.

Keywords: Annatto, moisture, analysis.

[1] Trabalho desenvolvido como bolsa de iniciação científica do primeiro autor.

[2] Bolsista CNPq (PIBIC): Graduação em Engenharia de Alimentos, UNICAMP, Campinas-SP; biankamellanie@yahoo.com.br
[3] Pesquisador Científico - FRUTHOTEC - ITAL, Campinas-SP.
[4] Pesquisador Científico - CCQA - ITAL, Campinas-SP.
[5] Pesquisador Científico - CCQA - ITAL, Campinas-SP; carvalho@ital.sp.gov.br

1. INTRODUÇÃO

O urucum (Bixa orellana L) é uma planta considerada nativa no Brasil que é atualmente o maior produtor mundial desses grãos. Grande parte dessa produção é realizada por pequenos produtores que encontram no uso da mão de obra familiar um dos aspectos mais importante no estabelecimento dos custos de produção. Essa economia se deve principalmente no momento da colheita, que por não ser ainda mecanizada pode representar elevados custos quando terceirizada. Isso torna essa cultura tipicamente de pequenos produtores que colhem, secam e beneficiam essas sementes muitas vezes de forma artesanal.

A secagem das sementes de urucum tem sido realizada pela exposição das cachopas recém-colhidas ao sol. O controle desse processo é empírico o que resulta no comércio de grãos com diferentes teores de umidades. Em sementes de urucum o controle do teor de umidade é muito importante, pois uma semente com umidade elevada, superior a 14%, pode promover o crescimento de fungos que em alguns casos pode levar a perda total do lote desses grãos. Por outro lado, uma umidade inferior a 8% pode indicar um produto armazenado há muito tempo ou em condições inadequadas, além de favorecer o desprendimento dos pigmentos da superfície dos grãos, diminuído sua qualidade (CARVALHO, 2019).

Para análise de umidade em sementes de urucum, produtores e indústrias têm utilizado diferentes metodologias. Entre essas metodologias está o uso de balanças com dispositivos de infravermelho que além de operação simples apresenta resultado de forma mais rápida que os métodos tradicionais de secagem em estufas ventiladas. A necessidade de se ter repostas rápidas da concentração de umidade de sementes de urucum também foi sentida durante algumas de nossas pesquisas com essa cultura. Em vista disso nosso laboratório realizou um estudo buscando avaliar as análises de sementes de urucum por secagem em balança com luz infravermelha, utilizando como referência o método tradicional de secagem em estufa ventilada.

É importante observar que ambos os métodos utilizados nesse estudo promove também a remoção de outras substâncias presentes nos grãos de urucum como terpenos de baixa massa molecular, álcoois e várias moléculas com alta pressão de vapor que se volatilizam nas temperaturas utilizadas durante as análises. Mesmo assim convencionamos chamar de análise de umidade os ensaios conduzidos nesse estudo.

2. MATERIAL E MÉTODOS

2.1 Matéria-prima

Para o estudo foi utilizado uma amostra de sementes da variedade “Piave”, obtida junto a um produto do município de Nova Alvorada do Sul - MS. A amostra foi caracterizada quanto à concentração de pigmentos (carotenoides totais expressos em bixina), lipídios (extrato hexânico) e impurezas.

2.2 Equipamentos

No procedimento analítico foi utilizado estufa com ventilação mecânica, marca FANEM, modelo 320-SE; balança de determinação de umidade por infravermelho, marca Bel Engineering, modelo i-Thermo 163L; espectrofotômetro UV-VIS, marca Varian, modelo Cary 50; agitador de peneiras eletromagnético, marca ProduTest, modelo T, munido com conjunto de peneiras de abertura de malhas 4,75 mm, 2,00 mm, 0,60 mm e fundo (“panela”); balança analítica, marca Shimadzu, modelo UX6200H.

2.3 Métodos

2.3.1 Análise de impurezas

A determinação de impureza da amostra foi realizada segundo método descrito por SANCHES et al (2017), onde as impurezas presentes na amostra de sementes de urucum são separadas por um conjunto de peneiras.

2.3.2 Análise de lipídios

A determinação de lipídios foi conduzida com base no método 2006.06 descrito pela AOAC (HORWITZ, 2005), que tem como princípio a extração de substâncias solúveis em hexano a quente.

2.3.3 Determinação de carotenoides totais expressos como bixina

A determinação dos carotenoides totais expressos como bixina foi realizada segundo SILVA et al (2007), onde os pigmentos das sementes de urucum são extraídos com uma solução de óleo de rícino, diluído em uma solução aquosa de hidróxido de Potássio 0,5% e a quantificação é realizada em espectrofotômetro a um comprimento de ondas de 453 nm, utilizando um coeficiente de absorção ($E_{1cm}^{1\%}$) de 2.850. O resultado obtido em sal de norbixina é convertido para bixina pela divisão por 1,16.

2.3.4 Análise de umidade

2.3.4.1 Determinação por estufa ventilada

A determinação de umidade foi feita com base no método descrito pela AOAC (HORWITZ, 2005), que tem como princípio a determinação indireta da água presente nas amostras por gravimetria. A água é eliminada por aquecimento em estufa e a massa do resíduo seco é determinada. A umidade é calculada pela diferença entre as massas das amostras antes e após a secagem. Para as análises de sementes de urucum a metodologia foi ajustada para as seguintes condições: massa de amostra de 5g ± 0,5 g; temperatura 110°C ± 5 ^{o}C ; tempo de secagem na estufa = 12 horas ± 2 horas.

Essa metodologia foi utilizada para encontrar o valor convencionado como verdadeiro para a amostra utilizada nesse estudo. Para isso foram realizadas dez determinações da amostra e a média dos resultados desses ensaios e sua estimativa de desvio padrão foram convencionados como verdadeiros.

2.3.4.2 Determinação de umidade em balança com aquecimento por infravermelho

A determinação de umidade em balança com aquecimento infravermelho foi realizada adicionando à capsula de pesagem uma massa dos grãos de urucum (conforme estabelecido no planejamento utilizado nesse estudo). Em seguida as condições de secagem (tempo e temperatura) foram selecionadas no equipamento e a medida realizada automaticamente.

A determinação de umidade com o uso da balança com infravermelho foi avaliada por meio de um planejamento fatorial de forma a identificar os parâmetros críticos nesse tipo de determinação. Para isso foi conduzido um delineamento Box-Behnken com três variáveis (temperatura de aquecimento, tempo de secagem e massa de amostra) e quatro pontos centrais. A Tabela 1 apresenta as condições estudadas e a Tabela 2 apresenta a ordem aleatória de realização dos ensaios.

TABELA 1. Variáveis do planejamento Box-Behnken conduzido nesse estudo.

Codificação	-1	0	1
Massa de amostra (g)	5	8	11
Temperatura (^{o}C)	100	130	160
Tempo (min.)	30	60	90

TABELA 2. Ensaios conduzidos no estudo.

Ordem do ensaio	Tempo	Amostra	Temperatura
11	0	0	1
3	-1	-1	0
2	1	1	0
15	0	0	0
6	1	1	-1
14	0	0	0
5	-1	-1	-1
8	1	1	1
13	0	0	0
4	1	1	0
10	0	0	-1
7	-1	-1	1
1	-1	-1	0
9	0	0	-1
12	0	0	1
16	0	0	0

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Tabela 3 apresenta os resultados das análises de carotenoides totais expressos em bixina, lipídios (extrato exânico) e impurezas, conduzidos na amostra utilizada como referência nesse estudo.

TABELA 3. Resultados das análises de carotenoides totais expressos como bixina, lipídios (extrato hexânico) e impurezas, realizadas na amostra utilizada nesse estudo.

Ensaio	Resultados[1]
Carotenoides totais expressos como Bixina (g/100g)	2,08 (0,11)
Lipídios (extrato hexânico)	3,37 (0,25)
Impurezas (g/100g)	1,25 (0,21)

[1] Média e estimativa de desvio padrão de repetições analíticas simultâneas e independentes.

A Tabela 4 apresenta os resultados de dez repetições analíticas da amostra selecionada para esse estudo, utilizando o método de estufa ventilada. A média e o desvio padrão desses resultados foram utilizados como valor de referência nesse estudo (ou valor convencionado como verdadeiro).

TABELA 4. Resultado de dez repetições analíticas de umidade da amostra utilizada nesse estudo, obtidas com a metodologia de estufa ventilada.

Ensaio	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	Média[1]
Umidade (g/100g)	8,5	8,3	8,2	8,7	8,2	8,3	8,3	8,4	8,8	8,9	8,5 (0,2)

[1] Média e estimativa de desvio padrão.

Os resultados do planejamento Box-Behnken conduzido para as análises em balança com infravermelho estão apresentados na Tabela 5. A análise de variância desses resultados está apresentada na Tabela 6 e indica que o modelo utilizado é válido e que há evidência de regressão significativa (p= 0,05).

TABELA 5. Resultados do planejamento Box-Behnken conduzido nesse estudo.

Ensaio	Tempo (min.)	Amostra (g)	Temperatura (^oC)	Umidade (g/100g)
1	30	5,037	130	5,75
2	90	5,038	130	7,37
3	30	11,085	130	8,17
4	90	11,000	130	12,17
5	30	8,037	100	2,70
6	90	8,037	100	3,08
7	30	8,013	160	13,17
8	90	8,090	160	13,04
9	60	5,014	100	1,74
10	60	11,043	100	2,85
11	60	5,102	160	12,70
12	60	8,028	160	14,10
13	60	8,000	130	10,94
14	60	8,006	130	8,14
15	60	8,011	130	10,04
16	60	8,203	130	10,60

TABELA 6. Análise de variância dos resultados do planejamento Box-Behnken conduzido para as análises em balança com infravermelho.

Fatores	GL	SQ	QM	F	F Crítico (p= 0,05)
Regressão	6	254,5265	42,4211	29,84	3,37
Resíduo	9	12,7929	1,4214		
Falta de ajuste	6	8,1077	1,3513	0,87	8,94
Erro Puro	3	4,6852	1,5617		
Total	15	267,3194			

A Figura 1 apresenta o Gráfico de Pareto dos resultados de Umidade (g/100g) obtidos com o uso da balança com infravermelho. Fica evidente a contribuição significativa da temperatura de aquecimento da amostra para esses resultados.

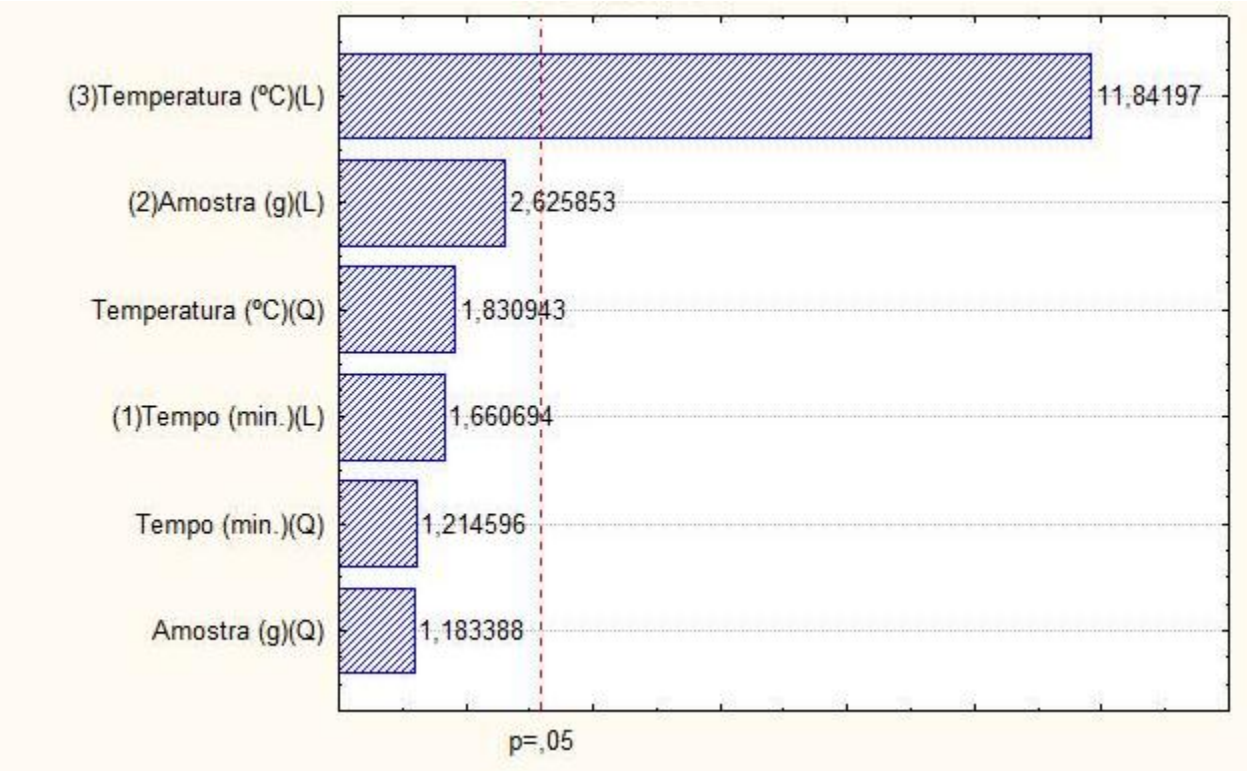

FIGURA 1. Gráfico de Pareto dos resultados de Umidade (g/100g) obtidos com o uso da balança com infravermelho para os fatores: temperatura (^oC), massa de amostra (g) e tempo de secagem (min.).

Com vista nesses resultados fixamos a quantidade de amostra em dez gramas e o tempo de aquecimento em 30 minutos e desenvolvemos a equação resultante do planejamento Box-Behnken para encontrar a temperatura necessária (na análise em balança com infravermelho), para se obter uma umidade de 8,5 g/100g . O resultado indicou valores de temperaturas igual a $128^oC \pm 1^oC$.

Esses valores (massa de amostra = 10g, tempo de secagem = 30 minutos e temperatura = 128^oC) foram utilizados para a análises de umidade por balança com infravermelho na amostra utilizada como referência nesse estudo e em quatro outras amostras de sementes de urucum escolhidas ao acaso entre amostras recebidas para ensaios em nossos laboratórios. Os resultados dessas análises foram comparados com a análise de umidade pelo método convencional (estufa ventilada) para as mesmas amostras. A Tabela 7 apresenta esses resultados.

TABELA 7. Resultados da análise de umidade (g/100g) em amostras de sementes de urucum utilizando o método de estufa ventilada (Método 1) e o método de balança com infravermelho (Método 2).

	Amostra de referência	Amostra 1	Amostra 2	Amostra 3	Amostra 4
Método 1	8,50 (0,20) a[2]	9,40 (0,19) a	9,66 (0,09) a	7,57 (0,13) a	9,67 (0,18) a
Método 2	8,83 (0,62) a	8,30 (0,21) b	7,28 (0,21) b	6,17 (0,11) b	7,62 (0,11) b

[1] Os resultados representam médias de análises em duplicatas simultâneas e independentes e estimativa de desvio padrão; [2] Teste de Tukey. onde as médias nas mesmas colunas, seguidas da mesma letra não apresentam diferença significativa (p = 0,05).

Apesar da análise da amostra de referência utilizando a balança com infravermelho apresentar valores similares aos resultados utilizando a estufa ventilada, os resultados de ambos os métodos para as outras amostras indicaram que, nas condições utilizadas, as análises realizadas com o uso da balança com infravermelho apresentaram valores significativamente diferentes e inferiores aos resultados obtidos pelo método convencional (estufa ventilada). Portanto, mesmo tomando o cuidado de buscar as melhores condições para o uso da balança com infravermelho, essas condições não conseguiram reproduzir os resultados para amostras diferentes da amostra utilizada como referência. Isso pode indicar influência das características da amostra nesse tipo de determinação.

4. CONCLUSÃO

Os resultados obtidos nesse estudo permitiram concluir que deve-se tomar muito cuidado com o uso de balança com infravermelho para a análise de umidade em sementes de urucum.

Sugere-se ampliar o estudo buscando avaliar se as características das amostras como tamanho das sementes, concentração de lipídios e impurezas, influenciam nos resultados das análises de umidade com o uso de balanças com infravermelho.

5. REFERÊNCIAS

CARVALHO, P. R. N. Controle de qualidade das sementes de urucum. In: www.ourucum.com.br/ qualidade. Acessado em 12/02/2019.

HORWITZ, W. (Ed). **Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists**. 18th ed. Gaithersburg, Maryland: AOAC, 2005.

SANCHES, I. R.; TAVARES, P. E. R.; SILVA, M. G.; CARVALHO, P. R. N. Análise de impurezas em sementes de urucum (Bixa orellana L.). Disponível em: https://docs.wixstatic.com/ugd/413a1a_382a276db29e4fde93e53b2d5764f54c.pdf. Acesso 12/02/2019.

SILVA, M.G. Análises de pigmentos em sementes de urucum. In: Anais da I REUNIÃO NACIONAL DA CADEIA PRODUTIVA DO URUCUM, Campinas. Campinas: ITAL, 2007. p. 79-83.