

NORMA PORTUGUESA

NP 2967

1991

Cereais e derivados

Cereais, farinha de cereais, sémolas e massas alimentícias. Determinação da acidez

Céréales et produits céréaliers

Céréales, farines de céréales, semoules et pâtes alimentaires. Détermination de l'acidité

Cereals and cereal products

Cereals, cereal flours, semolinas and alimentary pasta. Determination of acidity

CDU

664.641.1.664.762.241.5

Descritores

Produtos agrícolas; farinha de cereais; massas alimentícias; sémola; acidez; determinação de teores; ácido sulfúrico; especificações do processo

Correspondência

ISO 7305(1986), harmonizada

Homologação

Diário da República, III Série, N.º 213, de 1991-09-16

Elaborado por
CT41 (IOA)



Edição
Novembro de 1991

IPQ reprodução proibida

Instituto Português da **Q**ualidade

Rua José Estêvão, 83 A
1199 LISBOA CODEX Portugal

Tel (01) 52 39 78, 52 37 35, 52 37 59
Fax (01) 53 00 33
Tx 13042 QUALIT P

1. Objectivo e campo de aplicação

A presente Norma descreve um método de determinação da acidez em cereais, farinhas de cereais, sêmolas e massas alimentícias.

2. Referências

NP 516

Cereais e produtos cerealíferos. Determinação do teor de água (processo prático).

NP 1201

Cereais e leguminosas. Colheita das amostras dos produtos de moenda

3. Definição

Para os fins da presente Norma, a acidez traduz, essencialmente, o conjunto dos ácidos gordos livres, extraídos nas condições a seguir descritas. Expressa-se em gramas de ácido sulfúrico por 100 g do produto

4. Resumo do processo

Extracção dos ácidos com etanol a 95% (V/V) à temperatura de $20 \pm 5^\circ \text{C}$, centrifugação e titulação de uma parte alíquota do sobrenadante pelo hidróxido de sódio.

5. Reagentes

Todos os reagentes devem ser de qualidade analítica. A água deve ser destilada ou de pureza equivalente.

5.1. Etanol a 95% (V/V).

5.2. Hidróxido de sódio, solução $c = 0,005 \text{ mol L}^{-1}$ em etanol, isenta de carbonatos.

O título deve ser verificado imediatamente antes de cada série de determinações da acidez. Utiliza-se uma solução preparada pelo menos 5 dias antes e conservada num frasco de vidro inactínico, munido de uma rolha de borracha. A solução deve ser incolor ou amarelo-palha.

NOTA: Recomenda-se purificar o etanol da seguinte maneira:

Dissolvem-se 5 a 10 g do hidróxido de sódio em 1 litro de etanol e juntam-se 0,5 g de limalha de alumínio. Adapta-se um condensador de refluxo, leva-se a mistura à ebulição durante 1 h e seguidamente destila-se o etanol. Dissolve-se no destilado a quantidade necessária de hidróxido de sódio (isto é 2 g L^{-1}), deixa-se repousar 5 dias e utiliza-se a solução sobrenadante.

5.3. Fenolftaleína, solução a 1 g por 100 mL em etanol.

6. Aparelhos e utensílios

Material de uso corrente em laboratório e nomeadamente:

6.1. Agitador rotativo, 30-60 rpm.

6.2. Balança analítica.

6.3. Centrífuga, que permita obter 5000 a 6000 rpm.

6.4. Microbureta, graduada em 0,01 mL.

6.5. Moíno, que permita moer sem aquecimento sensível.

6.6. Peneiros de tela metálica de 1 mm, de 160 μm e 500 μm de abertura de malha.

6.7. Tubos de centrifuga de vidro branco neutro de 45 mL, hermeticamente fechados.

6.8. Filtro laranja que absorva no azul do tipo de acetato de celulose.



NP 2967

1991

p. 4 de 6

COPIA DE TRABALHO

7. Colheita das amostras e acondicionamento

Procede-se de acordo com a NP 1201.

As amostras não devem ser conservadas à temperatura de laboratório mais que um dia; se necessário, devem ser conservadas a cerca de 4° C em frascos estanques.

Se a amostra for conservada a cerca de 4° C, deixa-se retornar a temperatura ambiente no frasco estanque antes de se efectuar a toma.

8. Preparação da amostra

8.1. Farinhas

No caso de farinhas com as características de granulometria indicadas em (8.2), tomam-se cerca de 50 g de farinha que, se necessário, se passam através do peneiro de 1 mm de abertura de malha, e se homogeneizam antes de se efectuar a toma para análise.

Para as outras farinhas, procede-se como em 8.2.

8.2. Cereais, sêmolas e massas alimentícias

Moem-se cerca de 50 g de cereais, sêmolas ou massas alimentícias com a ajuda do moinho, de forma que a totalidade do produto da moenda passe através do peneiro de 500 µm de abertura de malha e que pelo menos 80% passe através do peneiro de 160 µm de abertura de malha, e homogeneiza-se antes de se efectuar a toma para análise.

9. Técnica

O ensaio deve ser efectuado em duplicado.

9.1. Toma para análise

Introduzem-se num tubo de centrifuga cerca de 5 g da amostra para análise, pesadas com a aproximação de 0.001 g.

9.2. Determinação

a) Deitam-se no tubo de centrifuga, com a ajuda de uma pipeta, 30 mL de etanol. Tapa-se o tubo hermeticamente e agita-se durante 1 h com o agitador rotativo operando a uma temperatura de 20 ± 5° C. Retira-se a rolha e centrifuga-se durante 5 min a 5000/6000 r.p.m.

b) Tomam-se, com a ajuda de uma pipeta, 20 mL do liquido sobrenadante para um frasco de Erlenmeyer e juntam-se 5 gotas de fenolftaleína. Titula-se, com a ajuda de uma microbureta, com a solução de hidróxido de sódio até à viragem a rosa-pálido persistente durante alguns segundos, utilizando um filtro laranja para eliminar a coloração amarela do indicador. O filtro coloca-se junto dos olhos do operador.

9.3. Ensaio em branco

Efectua-se um ensaio em branco, substituindo os 20 mL de liquido sobrenadante por igual volume de etanol.

10. Resultados

10.1. Cálculo

Sendo:

V₁ o volume, em mililitros, da solução de hidróxido de sódio utilizada para a determinação (9.2);

V₂ o volume, em mililitros, da solução de hidróxido de sódio utilizada para o ensaio em branco (9.3);

c a concentração, em mol L⁻¹, da solução de hidróxido de sódio utilizada;



COPIA DE TRABALHO

m_0 a massa, em gramas, da toma para análise,
a acidez, expressa em percentagem em massa de ácido sulfúrico, é dada pela fórmula:

$$\frac{7,35 \times (V_1 - V_0) \times c}{m_0}$$

Para se calcular a acidez em relação à matéria seca, multiplica-se o resultado obtido por:

$$\frac{100}{100-H}$$

onde H é o teor de água, expresso em percentagem de massa, da amostra para análise, determinado segundo a NP 516.

Toma-se como resultado a média aritmética de duas determinações paralelas.

NOTA: Veja-se em anexo informação sobre fidelidade.

10.2. Apresentação

O resultado apresenta-se arredondado às milésimas.

11. Relatório do ensaio

O relatório do ensaio deve indicar o método utilizado, a data da análise e os resultados obtidos. Deve, além disso, mencionar todos os pormenores técnicos não previstos na presente Norma ou facultativos, assim como quaisquer circunstâncias eventuais susceptíveis de ter influência nos resultados.

12. Referência à normalização internacional

Esta Norma baseia-se na Norma Internacional ISO 7305(1986) «Farines de blé tendre et sémoules de blé dur. Détermination de l'acidité grasse», em relação à qual apresenta um campo de aplicação mais alargado.



NP 2967

1991

p. 6 de 6

CÓPIA DE TRABALHO

ANEXO (Informativo) Fidelidade

Dois ensaios interlaboratoriais organizados a nível internacional com a participação, respectivamente, de 24 laboratórios (ensaio 1) e 21 laboratórios (ensaio 2), tendo cada um deles efectuado 2 determinações, forneceram os resultados estatísticos indicados no quadro:

Amostra	Sêmola de trigo mole - Ensaio 1	Farinha de trigo mole A - Ensaio 1	Farinha de trigo mole - Ensaio 2	Farinha de trigo mole B - Ensaio 1	Sêmola de trigo rijo - Ensaio 2
Nº de laboratórios após eliminação dos aberrantes	21	20	21	20	21
Média	0015	0026	0039	0064	0040
Desvio-padrão de repetibilidade (Sr)	00007	00013	00010	0013	0015
Coefficiente de variação de repetibilidade	4,7%	5,0%	2,6%	2,0%	2,7%
Repetibilidade (2,83 Sr)	0002	0003	0003	0003	0004
Desvio de reproduzibilidade (SR)	00042	00037	00059	00064	00058
Coefficiente de variação de reproduzibilidade	28%	14%	15%	10%	14%
Reproduzibilidade (2,83 SR)	0012	0010	0017	0018	0016

Resultados expressos em gramas de ácido sulfúrico por 100 g de produto seco

