



UNIVERSIDADE EDUARDO MONDLANE



FACULDADE DE CIÊNCIAS
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA

Trabalho de Licenciatura

Tema:

Determinação do teor de proteínas, fósforo e humidade
em alimentos "Leguminosas e verduras"
da província de Nampula

Autor: Nelson Daniel Siteo

Maputo, de 2012



UNIVERSIDADE EDUARDO MONDLANE



FACULDADE DE CIÊNCIAS
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA

Trabalho de Licenciatura

Tema:

Determinação do teor de proteínas, fósforo e humidade
em alimentos "Leguminosas e verduras"

**Determinação do teor de proteínas, fósforo e humidade
em alimentos "Leguminosas e verduras"
da província de Nampula**

Autor: Nelson Daniel Siteo

Supervisora: dra. Aida Vasco Massango

Co – Supervisora: dra. Eulália Domingos Uaila

Maputo, de 2012

Dedicatória

Dedico o meu trabalho de licenciatura aos meus pais Daniel Siteo e Luciana Bazima, aos meus filhos Aylton e Olívia, aos meus irmãos e à minha namorada Marta.

Declaração sobre compromisso de honra

O presente trabalho de licenciatura foi elaborado por mim, com base na bibliografia referenciada ao longo do texto.

Maputo aos.....de.....de 2010.

O autor

Nelson Daniel Siteo

Agradecimentos

Em primeiro lugar dou graças a Deus pela vida, saúde e bênção que me proporciona dia após dia.

Agradeço imenso a dra. Aida Vasco Massango e a dra. Eulália Domingos Uaila, pela supervisão e por terem facultado dados e fontes de informação na realização deste trabalho.

Agradecer especialmente aos técnicos: Saul, Stília Celeste, Carlos e os restantes técnicos do IIAM pelo acompanhamento e fornecimento do material sobre análise de plantas durante a realização deste trabalho.

Ao dr. Francisco Maleane e a todos os docentes do departamento de química, colegas e amigos, em especial à Prof. Doutora Tatiana e ao dr. Jaime Mandlate, vai o meu grande agradecimento.

Aos meus pais, irmãos e à minha namorada, vai um agradecimento muito especial pelo acompanhamento e apoio moral durante a minha formação.

GLOSSÁRIO DE SIMBOLOS

EAM – espectroscopia de absorção molecular;

\bar{X} = Média aritmética;

s– desvio padrão;

s_{y/x} – desvio padrão de estimação;

s_a – desvio da intersecção da recta;

s_b – desvio da inclinação da recta

a– intersecção da recta;

b– inclinação da recta;

r²– correlação linear;

t cal e t crit – t calculado e t critico, t - student;

H₀; H_a – hipótese nula e alternativa, respectivamente

μ; v – média da população e graus de liberdade, respectivamente.

ACRÓNIMOS

AACC – American Association for Clinical Chemistry

AOAC – Association of Official Analytical Chemists

DHAA – Direito Humano à Alimentação Adequada

ESAN – Estratégia de Segurança Alimentar e Nutricional

HIPH – High Institute of Public Health

MPF – Ministério do Plano e Finanças

PARPA – Plano de Acção de Redução de Pobreza Absoluta

PROAGRI – Programa de Desenvolvimento da Agricultura

SA – Segurança Alimentar

SAN – Segurança Alimentar e Nutricional

Resumo

O presente trabalho foi realizado usando o método de secagem em estufa (gravimetria) para a determinação de humidade, usando o método de Kjeldahl (volumetria) para a determinação do Nitrogénio posteriormente convertido para proteína, (multiplicando a percentagem do Nitrogénio por um factor empírico 6,25 para se obter a percentagem de proteína em cada amostra) e usando o método de espectrofotometria de UV – Vis para determinar o Fósforo em vinte e uma amostras de alimentos (leguminosas e verduras) colhidas em algumas regiões da província de Nampula.

As amostras analisadas foram seleccionadas de alguns mercados e zonas de produção na província de Nampula. Todas as amostras foram preparadas em triplicado para garantir uma boa precisão na determinação da proteína e Fósforo.

Os resultados obtidos foram estatisticamente tratados através do teste de Dixon ou prova Q para verificar se os valores duvidosos poderiam ser incluídos no cálculo da média encontrada das três determinações feitas em cada análise, a um nível de confiança de 95%. Também fez-se análise estatística da curva de calibração para a determinação do Fósforo nas amostras.

Na determinação da proteína pelo método de Kjeldahl a precisão varia de muito boa a má, tendo se verificado a boa precisão nas amostras de *feijão soroco*, *feijão jugo*, *folha de feijão nhemba*, *feijão fava*, *feijão nhemba*, *gergelim*, *folha de piri – piri*, *farinha de milho*, *folha de abóbora* com os valores de %RSD variando de 0 a 4 e as amostras de *miole*, *tseke*, *batata-doce*, *mexoeira*, *arroz*, *cacana*, *matapa verde*, *feijão buere*, *amendoim*, não se verificou boa precisão com os valores de %RSD variando de 6 a 27.

Na determinação do Fósforo pelo método de espectrofotometria de UV – Vis a precisão variou de muito boa a má, verificou-se boa precisão em todas amostras com os valores de %RSD variando de 0 a 3, excepto a amostra de batata-doce com o valor de %RSD de 7.

Índice de conteúdos

1. INTRODUÇÃO	1
1.1. Classificação dos alimentos segundo a origem.....	1
2. OBJECTIVOS.....	4
2.1. Objectivo geral.....	4
2.2. Objectivos específicos	4
3. METODOLOGIA DO TRABALHO.....	4
4. REVISÃO BIBLIOGRAFICA	5
4.1. Breve descrição sobre província de Nampula.....	5
a) Zona costeira.....	5
b) Zona do interior	5
4.2. Amostras analisadas.....	6
4.3. Segurança Alimentar e Nutricional no Processo de Desenvolvimento de Moçambique	15
4.3.1. Estratégias nacionais de desenvolvimento e promoção da SAN.....	16
A. Plano de Acção de Redução de Pobreza Absoluta (PARPA)	17
B. A Estratégia de Segurança Alimentar e Nutrição (ESAN).....	18
4.4. Bromatologia.....	19
4.4.1. Importância da análise de alimentos	19
4.4.2. Aplicação da análise de alimentos	20
4.4.3. Escolha do método analítico	20
4.4.4. Espectroscopia de absorção molecular.....	25
4.4.3. Métodos de calibração	29
5. PARTE EXPERIMENTAL	30
i.) Colecta e Identificação.....	32
ii.) Peso verde	32

iii.)	Secagem a 70 °C	33
iv.)	Peso seco a 70°C	33
v.)	Moagem	33
vi.)	Armazenamento	33
5.2.	Preparação das soluções.....	33
	Mistura de ácido sulfúrico com selénio, solução “stock”	33
	Solução extractora.....	34
	Preparação da solução do hidróxido do sódio 30%	35
	Molibdato de amónio + 1% de ácido sulfúrico	35
	Reagente corante	35
5.3.	Determinação da humidade.....	36
5.4.	Determinação do teor de proteínas nas plantas pelo método de Kjeldahl.....	37
	Dissolução das amostras (digestão)	37
	Destilação.....	38
	Titulação	39
5.5.	Determinação do teor de P-total nas plantas pelo método de espectrofotometria do.....	41
	UV-Vis.....	41
6.	TRATAMENTO ESTATÍSTICO DE RESULTADOS.....	45
7.	INTERPRETAÇÃO DOS RESULTADOS	47
8.	CONCLUSÕES	50
9.	RECOMENDAÇÕES	51
	BIBLIOGRAFIA	52

Lista de figuras

Figura 1- mapa da província de Nampula.....	6
Figura 2 – mandioca e folha de mandioca.....	6
Figura 3 – milho.....	7
Figura 4 – arroz (oryza sativa).....	7
Figura 5 – tseke (Amaranto).....	8
Figura 6 – algumas variedades do feijão.....	8
Figura 7 – feijão nhemba.....	9
Figura 8 – feijão fava.....	9
Figura 9 – matapa (folha de mandioca).....	10
Figura 10 – folha de abóbora.....	10
Figura 11 – piripiri.....	11
Figura 12 – cacana.....	11
Figura 13 – batata-doce.....	12
Figura 14 – mexoeira.....	12
Figura 15 – amendoim.....	13
Figura 16 – gergelim.....	14
Figura 17 - Redução da Pobreza.....	17
Figura 18 – espectrofotómetro spectronic. Uma fotografia do instrumento é mostrada em (a), enquanto o seu diagrama óptico pode ser visto em (b).....	28
Figura 19 – folha de abóbora	31

Figura 20 – variedades da batata-doce	31
Figura 21 – mandioca.....	31
Figura 22 – amendoim.....	31
Figura 23 – Arroz.....	32
Figura 24 - milho.....	32
Figura 25 – mapira.....	32
Figura 26 – feijão buere.....	32
Figura 27 – bloco digestor usado no IIAM.....	38
Figura 28 – aparelho de destilador de Kjeldahl usado no IIAM.....	39
Figura 29 – espectrofotómetro UV – Vis usado para as análises disponibilizado pelo IIAM.....	40
Figura 30 – curva de calibração normal para determinação do Fósforo.....	44

LISTA DE TABELAS

Tabela 1- resultados dos teores de humidade nas amostras.....	30
Tabela 2 – resultados de quantidade de proteínas nas amostras em mg/ 100 g.....	33
Tabela 3 – resultados da quantidade de Fósforo nas amostras em mg/ 100 g.....	36
Tabela 4 – resultados das leituras de solução padrão em termos de Absorvância para curva de calibração na determinação do Fósforo.....	37
Tabela 5 - dados estatísticos de calibração para determinação do P.....	43
Tabela 6 - limites de confiança de “a” e de “b”, para o P.....	46

Anexos

Tabela A1-1-comparação do $G_{\text{calculado}}$ e G_{tabelado} na determinação da proteína.....	A
Tabela A1-2-comparação do $G_{\text{calculado}}$ e G_{tabelado} na determinação do Fósforo.....	B
Tabela A2-1 – intervalos de confiança para a média e valores % RSD na determinação de proteínas.....	C
Tabela A2-2 – intervalos de confiança para a média e valores % RSD na determinação de Fósforo.....	D

1. INTRODUÇÃO

O conhecimento da composição dos alimentos consumidos nas diferentes regiões de Moçambique é um elemento básico para acções de orientação nutricional baseadas em princípios de desenvolvimento local e diversificação da alimentação, isto é, é fundamental para se alcançar a segurança alimentar e nutricional. A informação sobre a composição de alimentos é um pilar básico para a educação nutricional. Por meio dela, autoridades de saúde pública podem estabelecer metas nutricionais e guias alimentares que levem a uma dieta mais saudável e estes dados podem orientar a produção agrícola e das indústrias de alimentos no desenvolvimento de novos produtos e apoiar políticas de protecção ao meio ambiente e da biodiversidade [15].

Os dados referidos no parágrafo acima são também necessários para a rotulagem nutricional a fim de auxiliar consumidores na escolha dos alimentos.

Adicionalmente, em um mercado altamente globalizado e competitivo, dados sobre a composição de alimentos servem para promover a comercialização nacional e internacional de alimentos [15].

No presente trabalho de licenciatura pretende - se gerar dados sobre a composição dos principais alimentos “leguminosas e verduras” produzidos e consumidos em Nampula, baseado em um plano de amostragem que garanta valores representativos, com análises realizadas por laboratório com capacidade analítica comprovada.

1.1. Classificação dos alimentos segundo a origem

Os alimentos podem ser de origem:

- Vegetal
- Animal

A fim de atender todas as suas necessidades nutritivas o homem deve procurar variar muito os componentes da dieta diária [4].

Todos os alimentos são compostos por nutrientes, com diversas funções, tais como: dar energia, construir os nossos músculos e ossos, regular a temperatura do corpo, entre outras. Existem 6 tipos de nutrientes e podemos dividi-los em dois grupos, tendo em conta a quantidade necessária dos mesmos. Deste modo os nutrientes podem ser micronutrientes (necessários em menores quantidades) e macronutrientes (necessários em quantidades maiores) [4].

Dos micronutrientes fazem parte as vitaminas e os sais minerais. Dos macronutrientes fazem parte as proteínas, os glícidos e os lípidos, conhecidos todos eles por nutrientes energéticos, pois fornecem energia ao nosso corpo[4].

Neste trabalho foram determinados os elementos **P** e **N**-total (apresentado em termos da quantidade de proteínas em cada amostra) por espectroscopia de absorção molecular e pelo método de destilação de Kjeldahl, respectivamente e Humidade pelo método de secagem em estufa em amostras de alimentos “leguminosas e verduras” cultivados e colhidos na província de Nampula.

Cada um dos dois elementos analisados neste trabalho tem as seguintes propriedades físicas e algumas aplicações industriais:

P: O Fósforo é necessário para todos os organismos vivos, visto que ele faz parte de algumas proteínas tanto de origem vegetal como animal. Nas plantas o Fósforo encontra se, principalmente, nas proteínas de sementes; nos organismos dos animais – nas proteínas de leite, sangue, nos tecidos cerebral e nervoso.

Além disso, uma grande quantidade do Fósforo está contida nos ossos dos animais superiores, principalmente na forma dos compostos $3\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot \text{Ca}(\text{OH})_2$ e $3\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2 \cdot \text{CaCO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$. O Fósforo, na forma de radical ácido do ácido fosfórico, entra na composição dos ácidos nucleicos – os compostos complexos orgânicos poliméricos, contidos em todos os organismos vivos.

Esses ácidos participam directamente nos processos de transferência das propriedades hereditárias da célula viva[13].

O Fósforo forma algumas modificações alotrópicas: *fósforo branco* (encontra-se no estado sólido, a sua densidade é $1,83 \text{ g/cm}^3$, incolor e transparente quando puro, frágil e é um veneno forte); *fósforo vermelho* (não é venenoso, a sua densidade é de $2,0$ a $2,4 \text{ g/cm}^3$) e o *fósforo negro* (forma-se a partir do branco por aquecimento até $200 - 220 \text{ }^\circ\text{C}$ sob pressão muito elevada, tem um aspecto parecido com a grafite, a sua densidade é de $2,7 \text{ g/cm}^3$)[13].

A aplicação do Fósforo é muito variável. Uma grande quantidade dele emprega-se para o fabrico dos Fósforos de segurança (acendalhas) [13].

N: O Nitrogénio, na forma dos compostos complexos orgânicos, as proteínas, entra na composição de todos os organismos vivos. As transformações que sofrem as proteínas nas células de plantas e animais constituem uma base de todos os processos vitais. *Sem proteína não há vida*, visto que o Nitrogénio é uma parte integrante obrigatória da proteína, torna-se claro o papel importante que esse elemento desempenha na natureza viva.

O Nitrogénio é incolor, sem cheiro e pouco solúvel na água. Ele é um pouco mais leve do que o ar.

O Nitrogénio encontra a sua principal aplicação a título do produto inicial da síntese do amoníaco e de alguns outros compostos. Além disso, ele é empregado também no preenchimento das lâmpadas eléctricas, para criação do meio inerte na realização industrial de algumas reacções químicas, na bombagem dos líquidos combustíveis[13].

2. OBJECTIVOS

2.1. Objectivo geral

- Determinação do teor de proteínas, Fósforo e humidade em alimentos “leguminosas e verduras” cultivados na província de Nampula.

2.2. Objectivos específicos

- Determinar o teor da proteína nas plantas alimentares pelo método de Kjeldahl (volumetria);
- Determinar o teor do Fósforo pelo método de espectrofotometria do UV-Vis;
- Determinação do teor de humidade pelo método de secagem em estufa (gravimetria).

3. METODOLOGIA DO TRABALHO

Para o cumprimento dos objectivos traçados no presente trabalho, foi adoptada a seguinte metodologia:

- **Revisão bibliográfica:** consistiu na recolha de informações sobre o tema em estudo, em várias fontes, tais como, internet, livros de química analítica, boletim da república, como forma de efectuar um enquadramento teórico adequado do trabalho.
- **Parte experimental:**
 - a) Execução de análises laboratoriais de todas as amostras “alimentos”: foi no IIAM - Maputo e departamento de química – faculdade de ciências - UEM;
 - Análise de proteínas, Fósforo e determinação da humidade;
 - b) Cálculo das quantidades apesar da amostra e diluição das soluções.
- **Elaboração do relatório final.**
 - a) Elaboração de tabelas e gráficos demonstrativos (os dados obtidos foram demonstrados em forma de gráficos e tabelas usando o pacote Microsoft Excel 2007);
 - b) Tratamento estatístico dos dados e discussão e interpretação dos resultados.

4. REVISÃO BIBLIOGRAFICA

4.1. Breve descrição sobre província de Nampula

Nampula faz parte das três províncias da zona norte de Moçambique, localiza-se na costa do oceano Indico. Faz fronteira com as províncias de Cabo-Delgado e Niassa ao norte, no sul e oeste com província da Zambezia e a leste com oceano Indico. Possui duas grandes diferenciações em termos de características agro-climáticas, entre a zona costeira a zona interior da província [8].

a) Zona costeira

Zona costeira ou litoral de Nampula, o clima é tropical húmido, com a presença inquestionável de dunas, planície e savana.

Os solos são na sua maioria arenosos, salinos e até aluvionares, com coloração acinzentada, clara acastanhada. A precipitação não é frequente (verifica-se escassez de chuvas), bastante irregular e quantidade muito baixa, podendo explicar as secas cíclicas que se verificam nesta zona. Possui a pesca como actividade principal e a caça como complementar com pequenas a médias espécies de animais selvagens, portanto desde aves a gazelas [8].

b) Zona do interior

Na sua zona interior, Nampula possui um clima tropical húmido, com formações montanhosas, floresta densa, savana arbustiva e planaltos com um arranjo natural espacial específico. Os principais solos encontrados classificam-se em limosos, argilo-arenosos, argilosos com tonalidades escura e vermelha na sua maioria. A precipitação é bastante uniforme em termos de época e regular no sentido de os meses esperados para chuva cai sempre, chegando a atingir cerca de 2000 mm, uma leitura efectuada no período compreendido entre 1971 a 2000 apesar de serem dados não muito recentes facilmente se observa a regularidade da precipitação em que nenhum mês ficou sem haver chuva, com a precipitação mínima observada de 5,3 mm de média mensal. As temperaturas no período em referência variaram de 16° C a 32,7° C, isto é Junho foi o mais frio e Novembro o mês mais quente. Esta quantidade pluviométrica baseada em leituras mensais de precipitação e temperatura média observada em cada mês. A partir de Dezembro a Abril são os meses de intensa precipitação enquanto que o mês de Julho é o mais seco do ano. Contudo, verifica-se chuvas em todo período do ano diferenciando-se apenas nas quantidades pluviométricas descarregadas[8].

A agricultura constitui a actividade principal, sendo a silvicultura e a caça como complementares. Portanto, estas condições descritas colocam a província numa posição produtiva elevada em provimento de produtos agrários como: milho, mapira, gergelim, soja, mexoeira, algodão, castanha de caju, mandioca, batata doce, cana de açúcar, sisal, tabaco e outros[8].



Figura 1: mapa da província de Nampula

4.2. Amostras analisadas

Mandioca (*Manihot esculenta*) é a espécie mais largamente difundida do género *Manihot*, composto por diversas variedades de raízes comestíveis.



Figura 2: Mandioca e folha de mandioca

O **milho** (*Zea mays*) é um cereal, cultivado em grande parte do mundo. O milho é extensivamente utilizado como alimento humano ou ração animal, devido às suas qualidades nutricionais (contendo quase todos os aminoácidos conhecidos, sendo exceções a lisina e o triptofano). Todas as evidências científicas levam a crer que seja uma planta de origem mexicana, já que o domesticação começou 7.500 a 12.000 anos atrás na área central do Mesoamérica.



Figura 3: Milho

O **arroz** (constituído por sete espécies, *Oryza barthii*, *Oryza glaberrima*, *Oryza latifolia*, *Oryza longistaminata*, *Oryza punctata*, *Oryza rufipogon* e *Oryza sativa*) é uma planta da família das gramíneas que alimenta mais da metade da população humana do mundo. É a terceira maior cultura cerealífera do mundo, apenas ultrapassado pelo milho e trigo. É rico em carboidratos.



Figura 4: Arroz (*Oryza sativa*)

Tseke-Amaranto (*Amaranthus*) é um gênero botânico da família *Amaranthaceae*.



Figura 5: Tseke (amaranto)

Feijão é um nome comum para uma grande variedade de sementes de plantas de alguns gêneros da família Fabaceae. Proporciona nutrientes essenciais como proteínas, Ferro, Cálcio, vitaminas (principalmente do complexo B), carboidratos e fibras.



Figura 6: algumas variedades do feijão.

O **feijão-nhemba** (*Vigna unguiculata*) é uma planta da família das leguminosas (*Fabaceae*), subfamília papilionoídea (*Faboideae*). São plantas geralmente anuais, erectas ou trepadoras, com caules estriados e glabrescentes, isto é, com tendência a perder os pêlos que se dispõem na suas hastes. As suas folhas são trifolioladas, com apêndices (estípulas) na base do pecíolo, sendo os dois folíolos laterais oblíquos em relação ao plano do folíolo central



Figura 7: Feijão-nhemba.

Feijao-fava (*Vicia faba*) é uma planta da família das leguminosas agora renomeada Fabaceae, não trepadeira, que produz vagens grandes, dentro das quais se formam as sementes. (Fabaceae, Papilionoideae. É incerta sua origem, no entanto, admite-se que seja da região do Cáspio e do Norte da África. É uma planta perfeitamente adaptada a climas mediterrâneos, onde tem um papel preponderante na dieta, especialmente no início da Primavera, quando existe pouca diversidade nas hortas. É muito rica em proteínas e carboidratos, embora pobre em vitaminas.



Figura 8: Feijao-fava.

A matapa (folha da mandioca), é uma verdadeira dádiva da Natureza!

Ela possui uma das maiores fontes de vitamina A, aminoácidos e sais minerais encontrados em folhas, correspondendo aos nutrientes de 3 cenouras ou 2 pés de alface. É muito rica em vitamina C, Ferro, Cálcio e vitamina B2. A folha da mandioca é abundante.



Figura 9: Matapa (folha de mandioca)

Folha de Abóbora (*Cucurbita* spp.) é uma planta hortícola da família das cucurbitáceas. As espécies mais conhecidas são: *Cucurbita moschata*, *Cucurbita maxima*, *Cucurbita pepo*. Por serem espécies de polinização cruzada, há grande variedade de formas, cores e textura dos frutos, bem como em outras características das plantas. A abóbora é um fruto rico em vitamina A que também fornece vitaminas do complexo B, Cálcio e Fósforo, possui poucas calorias e é de fácil digestão.



Figura 10: Folha de abóbora

Piripiri (*Cyperus giganteus*), é uma planta palustre da família das ciperáceas, que ocorre do México à Argentina. Sua folhas e colmos são utilizados no fabrico de esteiras, produzem fibra semelhante à do linho e fornecem celulose de ótima qualidade. Originária da Ásia é cultivada em todo o mundo. Os frutos, pequenos, vermelhos quando maduros, têm sabor e aroma forte e bastante picante. Serve para condimentar uma grande variedade de pratos.



Figura 11: Piripiri.

Cacana (*Momordica*) é um género botânico pertencente à família Cucurbitaceae; muito conhecido como "melãozinho". muito comum em cercas e entulhos de terrenos abandonados é de origem asiática, trazido para África pelos escravos. As folhas desta planta eram usadas pelas lavadeiras para clarear a roupa



Figura 12: cacana (*momordica*)

A **batata-doce** (*Ipomoea batatas*), é uma planta da família das convolvuláceas, da ordem das Solanales (a mesma da batata, do tomate, das pimentas etc.). Originária dos Andes, se espalhou pelos trópicos e subtropicais de todo o mundo. As folhas e brotos da batata-doce são comestíveis após breve cozimento, saborosas e nutritivas, constituindo verdura de produção fácil e abundante.



Figura 13: Batata-doce.

Mexoeira é o nome dado em Moçambique à espécie *Pennisetum glaucum*, um cereal nativo da África muito importante na agricultura de subsistência e na alimentação dos seus povos.



Figura 14: mexoeira.

O **amendoim** (*Arachis hypogaea* L.), é uma planta da família Fabaceae. o amendoim é um membro da família da beterraba-marinha (Fabaceae) e seu fruto é do tipo fruto ou vagem. A planta do amendoim é uma erva, com um caule pequeno e folhas trifolioladas, com abundante indumento, raiz aprumada, medindo entre 30–50 cm (1-1,5 pés) de altura. As flores são pequenas, amareladas. O amendoim tem uma grande importância económica, principalmente na indústria alimentar. Algumas variedades têm uma grande quantidade de lípidos e têm sido utilizadas para a fabricação de óleo de cozinha (dão de 45 a 50% de óleo). Em várias regiões de África, o amendoim é moído para cozinhar vários pratos da culinária local, que ficam assim mais ricos em lípidos e proteínas.



Fugura 15: amendoim.

O **gergelim** é uma planta anual herbácea, gamopétala, originária do Oriente, pertencente à família das pedaliáceas (*Sesamum indicum*), com propriedades medicinais, de flores alvas, róseas ou vermelhas, hermafroditas, malcheirosas, dispostas nas axilas das folhas, e cujo fruto é cápsula oblonga, pubescente, com sementes oleaginosas, pequenas, amarelas, alvas ou pretas, arredondadas e levemente comprimidas.

As sementes de gergelim são ricas em manganês, cobre e cálcio (90 mg de cálcio por colher de sopa para sementes integrais (não descascadas) e 10 mg para sementes descascadas), e contém Vitamina B1 e Vitamina E. Elas contém um poderoso antioxidante (chamados "lignans" em inglês), que também é anticancerígeno, também contém fitoesteróis, que bloqueiam a produção de colesterol. Os nutrientes do gergelim são melhores absorvidos se triturados antes do consumo.



Figura 16: gergelim

4.3. Segurança Alimentar e Nutricional no Processo de Desenvolvimento de Moçambique

Moçambique é dotado de recursos naturais potenciais, que na base da boa governação políticas, estratégias e programas e com assistência de parceiros internacionais e participação efectiva de toda a franja da sociedade Moçambicana, poderá em pouco tempo inverter as tendências negativas da pobreza e da instabilidade alimentar e nutricional que atinge acima da metade (54%) da população [17].

O Direito Humano à Alimentação Adequada deve constituir uma alta prioridade e um instrumento útil que apoia os governos a implementar leis, políticas e planos concretos.

Importa mencionar que em Moçambique existem várias iniciativas de aplicação do **DHAA**, porém estas iniciativas não são suficientes para exercer os direitos, havendo assim a necessidade de se promover uma forte advocacia para o reconhecimento e inclusão do **DHAA** na lei, política, estratégias e planos de acção que concorrem para a **SAN** em Moçambique. Todavia, importa destacar dois programas essenciais do Governo ligados a Pobreza e Fome [17].

O PARPA que têm como objectivo principal a redução da actual incidência da pobreza de 70% a 60% em 2005, até 50% em 2015 e a Estratégia de Segurança Alimentar e Nutrição (**ESAN**), cujo objectivo é *garantir que todos os cidadãos tenham, a todo o momento, acesso físico e económico aos alimentos necessários, de modo a que tenham uma vida activa e saudável* [17].

Apesar de o País estar a experimentar uma queda dos índices da pobreza de 15% estas melhorias não estão em harmonia com o estado nutricional das populações. Os índices de desnutrição crónica (Altura/Idade), nas crianças (0-5 anos) passaram de 36% em 1997 para 41%, em 2003. Em Moçambique a malnutrição é responsável por cerca de metade dos óbitos que se registam em crianças <5 anos. O cenário é mais grave no meio rural (46%) que no urbano (29%), sendo mais pronunciado nas províncias do Norte onde chega a atingir 56%, em Cabo-Delgado. Todavia, a Desnutrição Aguda (Peso/Altura), observa uma descida (8% em 1997 e 4% 2003). Estudos realizados no País mostram que a desnutrição crónica reduz a produtividade em 2-3% do PIB [17].

Para Moçambique isto equivale a 71,4 -107 milhões de dólares americanos por ano, usando o PIB de 2002 (\$197).

- A análise da causalidade desenvolvida pelo **TF** mostra que a insegurança alimentar e desnutrição em Moçambique assentam sobre os seguintes factores: imediatos, adjacentes e básicos, ligados respectivamente à falta de reservas alimentares (carência de “stocks” em pelo menos 4 meses/ano), fraco poder de compra, baixo nível de escolaridade.

- Os programas e acções da SAN são agrupados neste documento à luz dos três pilares da ESAN: disponibilidade, acesso e utilização de alimentos [17].

4.3.1. Estratégias nacionais de desenvolvimento e promoção da SAN

Em Moçambique, os determinantes que afectam a situação da SAN abarcam diferentes sectores da actividade económica, e sócio - cultural. Segundo a ESAN 1998 esses determinantes são:

- Desenvolvimento do Capital Humano;
- Reabilitação de infra-estruturas chaves;
- Restauração da produção agrária;
- Criação de um ambiente propício ao desenvolvimento da iniciativa privada.

Em linha com as determinantes acima apresentadas, o Governo de Moçambique tem implementado diversas medidas políticas, estratégias e programas que visam contribuir para a minimização das causas reais que determinam a insegurança alimentar e desnutrição no País. Entre elas há a destacar:

Promoção do aumento de conhecimentos e melhoria de atitudes, hábitos e práticas alimentares: diversas acções estão em curso com vista a aumentar o conhecimento das populações a adoptar práticas mais apropriadas em relação aos diferentes factores que influenciam a situação nutricional dos agregados familiares (**AFS**);

Políticas Agrárias: Política e Estratégia de Implementação Agrária (**PEIA, 1995**), **PROAGRI** (1999-2004) e **PROAGRI II** (2005-2009), têm como o principal objectivo a recuperação da produção agrária, que concorre para a Segurança Alimentar (**SA**) e promoção dos níveis de comercialização de produtos de exportação, alívio à pobreza absoluta das populações e a melhoria de Segurança Alimentar, particularmente no meio rural;

Legislação da Terra: Estabelece mecanismos de segurança de posse e uso da terra, sendo particular prioridade dada ao sector familiar;

Política Comercial: Diversos programas estão em curso com vista a estimular a reabilitação, construção e modernização da rede comercial de modo a estimular o funcionamento da comercialização agrária.

Políticas e programas que estimulam infra-estruturas de transporte e comunicação:

Reconhecendo a importância das ligações entre os pólos de produção e os centros de consumo é importante reabilitar, construir e modernizar as vias e meios de transporte de forma a aumentar a acessibilidade física e o escoamento dos produtos, assim como promover o desenvolvimento rural.

As políticas, estratégias, planos de acção e programas em curso em Moçambique têm como alvo a população com baixa renda, normalmente identificada com o uso de critérios de elegibilidade sócio-económicos: mães solteiras pobres, crianças órfãs, velhos pobres e acrescidos por critérios médicos: doentes crónicos pobres, etc [17].

A. Plano de Acção de Redução de Pobreza Absoluta (PARPA)

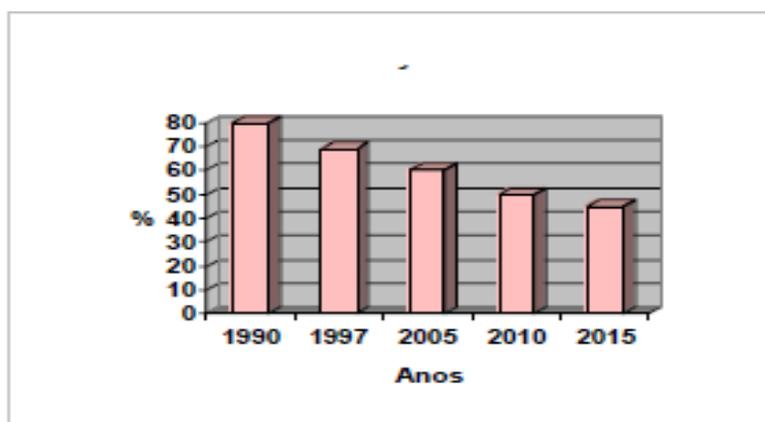


Figura 17 -Redução da Pobreza

O Plano de Acção de Redução da Pobreza Absoluta (PARPA, 2000-2004), endossado pelo Banco Mundial, serviu como ponto de partida para o BM/Fundo Monetário atribuir os empréstimos e representou o marco claro do início do alívio da dívida através do HIPH. O

PARPA descreve a macroeconomia do país, as políticas sociais e programas que visam promover o desenvolvimento e a redução da pobreza absoluta, e a ajuda externa necessária para implementação de tais programas [18].

O PARPA (2001-05) foi aprovado pelo Conselho de Ministros em Abril de 2001, e oficialmente lançado pelo Presidente da República de Moçambique em Junho de 2001, dando assim o mais alto sinal de vontade política para a implementação deste plano. O PARPA é financiado pelos fundos do Orçamento Geral do Estado e traça as linhas orientadoras com um horizonte temporal quinquenal e com indicadores mesuráveis de médio termo. Por exemplo, o PARPA 2001-2005 indica que o objectivo geral do plano é a redução da pobreza de 70% em 1997 para níveis de 60% em 2005 e para menos de 50% até finais de 2010 (Figura 1) [18].

O plano é implementado pelos ministérios sectoriais sob a coordenação do Ministério do Plano e Finanças (MPF), e depende de um pressuposto básico da manutenção da paz, e da estabilidade sócio-políticas.

B. A Estratégia de Segurança Alimentar e Nutrição (ESAN)

1. Os pressupostos da ESAN

A ESAN foi elaborada através de um processo participativo de auscultação e consulta aos diversos intervenientes de SAN dos sectores público, Nações Unidas, Doadores bilaterais e sociedade civil. O documento abarca três fases: i) Análise da situação, e ii) Objectivos e pressupostos, e iii) Prioridades de intervenção [17] [18].

O objectivo global do Governo é, no âmbito da Segurança Alimentar e Nutricional, “*garantir que todos os cidadãos tenham, a todo o momento, acesso físico e económico aos alimentos necessários, de modo que tenham uma vida activa esaudável*”.

A ESAN inclui três pilares da SAN:

1. **Disponibilidade dos alimentos:** “disponibilidade suficiente de alimentos em quantidade adequada, o que significa o aumento crescente do indicador relativo ao fornecimento de energia alimentar per-capita expresso em kilocalorias”;
2. **Acesso aos alimentos:** “todos os cidadãos moçambicanos devem ter acesso aos alimentos através da produção, compra, trocas, ofertas, e outras formas”;

3. Utilização dos alimentos: “as pessoas devem ser capazes de utilizar os alimentos de modo a que se assegure que cada membro receba e absorva os nutrientes adequados para as necessidades.

Portanto, a **ESAN** tem como **principal objectivo** estabelecer os principais vectores estratégicos para coordenar as políticas do Governo, ela é também o marco de referência para o sector privado e a sociedade civil que trabalha na nobre missão de erradicação da *Fome e da Pobreza* no País [18].

4.4. Bromatologia

A bromatologia estuda os alimentos, sua composição química, sua acção no organismo, seu valor alimentício e calórico, suas propriedades físicas, químicas, toxicológicas e também adulterates, contaminantes, fraudes, etc [15].

Química bromatológica

Estuda a composição química dos alimentos, bem como as suas características de aptidão para o seu consumo.

É importante conhecer técnicas e métodos adequados que permitam conhecer a composição centesimal dos alimentos, ou seja, determinar o percentual de humidade, minerais, proteínas, lípidos, fibras e carboidratos, que permitam o cálculo do volume calórico do alimento [18].

4.4.1. Importância da análise de alimentos

A análise dos alimentos é importante em diversas áreas, tais como Indústrias, Universidades, Institutos de pesquisa e órgão governamentais com um certo objectivo específico para cada área,

Indústrias – controlo de qualidade, controlo de processos em águas, alimentos, matérias-primas, produto acabado, embalagens, vida-de-prateleira, etc [2].

Universidades e Institutos de pesquisa - desenvolvimento de metodologia, controlo de processos em pesquisas, prestação de serviços, etc.

Órgãos Governamentais – registo de alimentos, fiscalização na venda e distribuição, etc.

4.4.2. Aplicação da análise de alimentos

Existem três tipos de aplicações em análise de alimentos:

Controlo de qualidade de rotina: é utilizado tanto para controlar a matéria-prima que chega, como o produto acabado que sai de uma indústria, além de controlar os diversos estágios do processamento. Nestes casos de análises de rotina, costuma-se sempre que possível, utilizar métodos instrumentais que são bem mais rápidos que os convencionais [2].

Fiscalização: é utilizado para verificar o cumprimento da legislação, através de métodos analíticos que sejam precisos e exactos e, de preferência, oficiais [2].

Pesquisa: é utilizada para desenvolver ou adaptar métodos analíticos exactos, precisos, sensíveis, rápidos, eficientes, simples e de baixo custo na determinação de um dado componente do alimento [2].

4.4.3. Escolha do método analítico

A escolha do método analítico vai depender de uma série de factores:

Quantidade relativa do componente desejado:

Os componentes podem ser classificados em maiores (mais de 1%), menores (0,01 – 1%), micros (menos de 0,01%) e traços (ppm e ppb) em relação ao peso total da amostra. No caso dos componentes maiores, são perfeitamente empregáveis os métodos analíticos convencionais, como os gravimétricos e volumétricos. Para os componentes menores e micros, geralmente é

necessário o emprego de técnicas mais sofisticadas e altamente sensíveis, como os métodos instrumentais [2].

Exactidão requerida:

Os métodos clássicos podem alcançar uma exactidão de 99,9%, quando um composto analisado se encontra em mais de 10% na amostra. Para componentes presentes em quantidades menores que 10%, a exactidão cai bastante, e então a escolha do método deve recair sobre os instrumentais [2].

Composição química da amostra:

A presença de substâncias interferentes é muito constante em alimentos. A escolha do método vai depender da composição química dos alimentos, isto é dos possíveis interferentes em potencial. Em análise de materiais de composição extremamente complexa, o processo analítico complica-se com a necessidade de efectuar a separação dos interferentes antes da medida final. Na maioria das determinações em alimentos, as amostras são complexas, necessitando de uma extracção ou separação prévia dos componentes a ser determinado [2] [3].

Recursos disponíveis:

Muitas vezes não é possível utilizar o melhor método de análise em função do seu alto custo, que pode ser limitante em função do tipo de equipamento ou até mesmo ao tipo de reagente ou pessoal especializado [2].

Método de Análise

Em análise de alimentos, os objectivos resumem-se em determinar um componente específico do alimento, ou vários componentes, como no caso da determinação da composição centesimal.

A determinação do componente deve ser através da medida de alguma propriedade física, como: medida de massa ou volume, medida de absorção de radiação, medida do potencial eléctrico, etc. Existem dois tipos básicos de métodos em análise de alimentos: métodos convencionais e métodos instrumentais. Os primeiros são aqueles que não necessitam de nenhum equipamento sofisticado, isto é, utilizam apenas a vidraria e reagentes, e geralmente são utilizados em gravimetria e volumetria. Os métodos instrumentais, como o próprio nome diz, são realizados em

equipamentos electrónicos mais sofisticados. São utilizados, sempre que possível os métodos instrumentais no lugar dos convencionais [2] [3].

Métodos de análise

4.4.3.1. Método de Kjeldahl: determinação através do “N” total

O método foi proposto por Kjeldahl na Dinamarca em 1883, quando estudava proteína em grãos. O método original sofreu várias modificações, mas continua sendo ainda o mais utilizado na determinação de proteína [1].

Princípio do método

A amostra da planta é atacada com a solução extractora (solução do ácido sulfúrico com selénio e ácido salicílico), o ácido salicílico forma um composto com nitratos presentes na amostra, para evitar a perda dos nitratos. A digestão começa quando se adiciona água oxigenada, e grande parte da matéria orgânica é oxidada. Após a decomposição com o excesso de água oxigenada, a digestão é completa com o ácido sulfúrico concentrado à temperaturas, elevadas com selénio como catalisador [5] [6] [7].

O Nitrogénio é convertido em amoníaco (como sulfatos) e o Fósforo em fosfatos nesta digestão também pode-se determinar **K, Ca, Mg, Mn** [5].

A determinação de proteínas baseia-se na determinação de Nitrogénio [5] [6].

Para converter o Nitrogénio medido para proteína, devemos multiplicar o conteúdo de Nitrogénio por um factor arbitrário, que representa um factor médio para o material em estudo, que é 5,7 para trigo e 6,25 para alimentos em geral.

O procedimento do método baseia-se no aquecimento da amostra com ácido sulfúrico para digestão até que o carbono e Hidrogénio sejam oxidados. O Nitrogénio da proteína é reduzido e transformado em sulfato de amónio. Adiciona-se **NaOH** concentrado e aquece-se para a

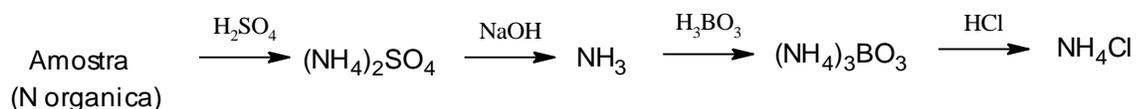
libertação do amoníaco dentro de um volume conhecido de urna solução de ácido bórico, formando borato de amónio [14].

O Borato de amónio formado é dosado com uma solução ácida (HCl) padronizada. Existe uma segunda maneira de recolher o Amoníaco, em uma solução ácida (H₂SO₄ padrão) em excesso, e depois titular o ácido que não reagiu com a Amónia, com uma solução básica padronizada (NaOH) [14].

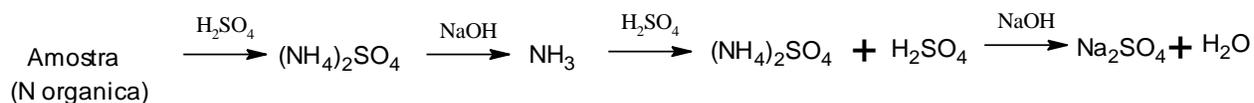
Esta segunda maneira tem a desvantagem de necessitar de duas soluções padronizadas e também de fazer a determinação indirectamente.

Reacções envolvidas na análise:

Digestão com H₂SO₄, K₂SO₄ e catalisador metálico



Adição de excesso de H₂SO₄ padrão: com o ácido não reagido, faz-se a titulação com NaOH padrão.



4.4.3.2. Modificações do método de Kjeldahl

Adição de catalisadores

Wilforth (1885) sugeriu a adição de óxidos de metais de Mercúrio, Cobre, Ferro etc, para acelerar a digestão da amostra.

Praticamente todos os metais da tabela periódica foram testados na digestão da amostra, porém Mercúrio, Cobre e Selénio foram os que apresentaram melhores resultados [22].

Mercúrio: é superior ao Cobre como catalisador, porém é necessária uma etapa a mais no método para separar o complexo de mercúrio-amônia formado. Esta separação é feita pela precipitação do Mercúrio com tiosulfato de Sódio.

Cobre: é o menos eficiente dos três catalisadores e só tem problema de limite de aplicação pela sua toxicidade.

Selênio: é o mais polémico dos três catalisadores. Tem efeito mais rápido do que o mercúrio e não necessita de separação após o seu uso. Entretanto pode haver perda de N se ele for utilizado em excesso ou se a temperatura de digestão não for cuidadosamente controlada. As condições são mais críticas que para o Mercúrio e o Cobre.

Atualmente é utilizada uma mistura dos três catalisadores, pois assim não apresentam problemas na pequena concentração em que são utilizados na mistura [14].

Adição de sulfato de potássio

Gunning, em 1889, sugeriu a adição deste reagente para aumentar o ponto de ebulição da mistura na digestão, acelerando assim o processo. O excesso de sulfato de potássio pode causar decomposição por excesso de aquecimento, com perda do amoníaco. A temperatura da digestão deve ficar entre 370 °C e 410 °C [2] [14].

Ácido bórico

No método original, o amoníaco libertado da amostra é recolhido em ácido padronizado. Na modificação, a recolha é feita em excesso de ácido bórico. O borato de amónio formado é que vai ser titulado com um ácido padronizado. Esta modificação é vantajosa no sentido de que será necessária somente uma solução padronizada. Nem a quantidade (cerca de 50 mL), nem a concentração (cerca de 4%) do ácido bórico necessitam de ser exactas.[11] [14].

Existem outros métodos de análises com modificações do método de Kjeldahl, tais como:

Método de Dumas, análise por grupos (método por biureto, método por fenol (follin-ciocalteau-lowry), método por espectrofotometria ultravioleta, métodos turbidimétricos, método dye-binding e métodos físicos [2].

4.4.4. Espectroscopia de absorção molecular

Nesta técnica espectroscópica, as absorções da radiação ultravioleta e visível pelas moléculas são visualizadas como bandas de absorção electrónicas, onde cada uma é formada por várias linhas discretas, e bem próximas entre si. Cada linha é originada através da transição de um electrão que se encontra no estado fundamental para um dos estados vibracionais e rotacionais que estão associados a cada estado de energia electrónica [19].

Essas absorções dependem da estrutura electrónica da molécula e a absorção dessa energia é quantizada, o que conduz a um estado de energia mais elevado. Desta forma, na determinação de um espectro de um determinado composto na região do UV – Vis deve-se medir a sua intensidade e o comprimento de onda no qual a absorção é máxima [20].

Além disso, é imprescindível a dissolução do anólito em um solvente adequado. Um solvente para a espectroscopia no ultravioleta/visível não deve absorver na mesma região do espectro na qual o anólito absorve. Dentre os solventes usados, a água, etanol, hexano e ciclo-hexano são os mais comuns e indicadores na determinação de diversas espécies moleculares [20].

Mecanismo de absorção

Quando a luz (monocromática ou heterogénea) incide sobre um meio homogéneo, uma parcela da luz incidente é reflectida, uma outra parcela é absorvida no meio e a restante é transmitida.

A absorção da radiação luminosa depende da população de moléculas no estado fundamental, a qual é proporcional à concentração da solução. Esta proporcionalidade é descrita pela lei de Lambert-Beer dada pela seguinte expressão:

$$A = \log \frac{I_0}{I} = a.b.c \quad \text{eq. 1}$$

Legenda:

A – Absorvância (sinal analítico obtido pelo espectrofotómetro)

I_0 – intensidade da radiação incidente

I – intensidade da radiação transmitida

a – absorvência

c – concentração dos átomos gasosos

b – comprimento da célula óptica

Lei de Lambert-Beer

A lei de Lambert-Beer mostra que, para uma dada substância a Absorvência é directamente proporcional à concentração da espécie absorvente, para a mesma espessura e proporcional à espessura quando se fixa a concentração. Trata-se de uma lei fundamental para todos os tipos de absorção de radiação electromagnética, aplicando-se não só a soluções mas também a gases e sólidos. Pode também denominar-se por lei de Bouguer-Beer, ou só por lei de Beer. O termo logarítmico no membro esquerdo da equação que se denomina Absorvência “A” está relacionado com uma outra grandeza, a transmitância que se designa por “T” [21].

$$A = -\log I/I_0 = -\log T \quad \text{eq.2}$$

A lei de Beer tem algumas limitações reais, visto que só se aplica a soluções muito diluídas, geralmente inferiores a 10^{-2} ou 10^{-3} M, o que será devido fundamentalmente a dois motivos.

O primeiro é que a distância média entre as espécies responsáveis diminui com o aumento da concentração, podendo chegar a um ponto que afecta a distribuição de carga das espécies vizinhas. Esta interacção, por sua vez, faz variar a possibilidade das espécies absorverem, a um dado comprimento de onda da radiação. Como o grau da interacção é dependente da concentração, a ocorrência deste fenómeno provoca desvios de linearidade da lei de Beer [21].

Segundo motivo é que para uma concentração bastante elevada há variação do índice de refração da solução. Como a absorvência é função do índice de refração, observam-se desvios à lei de Beer. Assim, poder-se-á ter uma relação linear $A = f(c)$ até um dado valor de concentração, verificando-se depois uma curvatura com a concavidade virada para o eixo das abcissas [20] [21].

Desvio da lei de Beer

Em geral, a lei de Beer vale sobre um intervalo grande da concentração quando a estrutura do ião corado, ou do não - electrólito corado, no estado dissolvido, não se altera com a concentração. Pequenas quantidades de electrólitos, que não reagem quimicamente com os componentes corados, não afectam, nos casos correntes, a absorção da luz; grandes quantidades de electrólitos podem provocar um deslocamento do máximo de absorção e também altera o valor de Absorvância. Encontram-se usualmente discrepâncias quando o soluto corado sofre ionização, ou dissociação em solução, pois a natureza das espécies em solução varia com a concentração. A lei não vale quando o soluto corado forma complexo cuja composição depende da concentração. Podem também ocorrer discrepâncias quando não se usa luz monocromática [19].

Instrumentação

Um espectrómetro é um instrumento espectroscópico que utiliza um monocromador ou um policromador juntamente com um transdutor para converter as intensidades radiantes em sinais eléctricos.

Os espectrofotómetros são os espectrómetros que permitem a medida da razão entre as potências de dois feixes, uma exigência para se medir a absorvância.

Os espectrofotómetros oferecem a vantagem considerável de que o comprimento de onda pode ser alterado continuamente tornando possível registar-se um espectro de absorção.

Várias dezenas de modelos de espectrofotómetros estão disponíveis comercialmente. A maioria dos espectrofotómetros cobre a região do UV/Visível e, ocasionalmente, a região do infravermelho. Os espectrofotómetros podem ser encontrados nas variedades de feixe único ou duplo [21]

Instrumentos de Feixe Único

A Figura 10 mostra um desenho de um espectrofotómetro de baixo custo, o Spectronic, o qual é projectado para uso na região do visível do espectro.



Figura 18 a

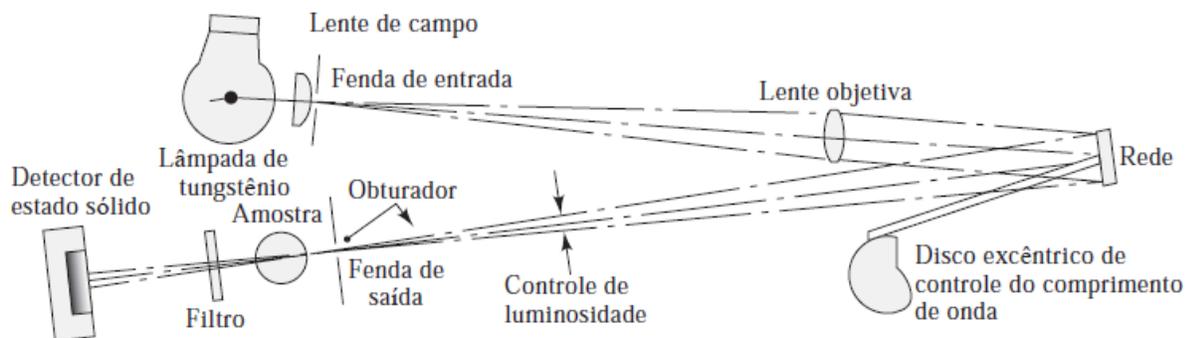


Figura 18 b

Figura 21: espectrofotómetro Spectronic. Uma fotografia do instrumento é mostrada em (18 a), enquanto o seu diagrama óptico pode ser visto em (18 b).

4.4.3. Métodos de calibração

Os métodos de calibração mais usados em métodos colorimétricos são:

- Método normal de calibração e
- Método de adição- padrão.

Método normal de calibração

Nesta técnica calibra-se o instrumento usando uma série de soluções de concentração conhecida do elemento a determinar depois de acertar o zero do instrumento com o branco (para avaliar o nível de contaminação dos reagentes). Após a calibração lê-se as amostras interpolando-se o resultado na curva de calibração [21].

Método de adição - padrão

Quando se opera com uma solução problema de carácter complexo ou com uma solução cuja composição exacta é desconhecida, pode ser muito difícil preparar soluções-padrão com a composição semelhante com a solução da amostra [21]

No método de adição-padrão prepara - se uma série de soluções do seguinte modo:

- Toma - se um certo número de balões volumétricos com a mesma capacidade;
- Pipeta - se o mesmo volume da solução amostra para cada um dos balões excepto para um;
- Adiciona - se diferentes quantidades de uma solução - padrão do anólito. As soluções assim preparadas são diluídas ao mesmo volume final.
- Faz - se a calibração do zero do instrumento com o branco e realiza - se a leitura das soluções por ordem crescente das adições do anólito e, a seguir, traça - se a curva de calibração.

A concentração do elemento a determinar é dada pelo valor absoluto da intersecção da recta com o eixo das abcissas.

5. PARTE EXPERIMENTAL

Equipamentos, materiais e reagentes

Equipamentos:

- Aparelho de Kjeldahl
- Espectrofotometro do UV-VIS-120-01
- Vortex
- Digestor 5620/40
- Estufa
- Excicador
- Balança analítica (e: 0,0001g) METTLER PM 400

Materiais

- Espátula
- Tubos de ensaios de 75mL
- Vareta
- Pérolas de vidro
- Pedra magnética
- Erlenmeyers
- Tubos de destilação de Kjeldahl
- Bureta
- Papel de filtro WHAITMAN-183
- Funis
- Pipetador automático
- Beaker de 5000mL

Reagentes

- Ácido sulfúrico 97% (AnalyticalReagent da RochelleChemicals);
- Ácido bórico 2% (AnalyticalReagent da RochelleChemicals);
- Ácido salicílico (Pro Analyti da MERCK);
- Ácido clorídrico 0,002 M (AnalyticalReagent da RochelleChemicals);
- Ácido ascórbico (AnalyticalReagent da RochelleChemicals);
- Hidróxido de sódio 30% (Pro Analyti da MERCK);
- Agua oxigenada 30%
- Dihidrogénio fosfato de potássio
- Molibdato de amónio $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 1%
- Tartaratoantimoniaco de potássio $(\text{KSbOC}_4\text{H}_4\text{O}_6\cdot 0,5\text{H}_2\text{O})$
- Tartarato duplo de amónio e potássio $(\text{KNH}_4\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\cdot 0,5\text{H}_2\text{O})$;
- Selénio
- Água destilada
- Indicador vermelho de metilo

5.1. Amostragem

As fotos mostradas nas figuras abaixo representam o processo da colheita de amostra no campo e no mercado.



Figura 19: folha de abóbora



Figura 20: variedades da batata- doce



Figura 21: mandioca



Figura 22: amendoim



Figura 23: arroz



Figura 24: milho



Figura 25: mapira



Figura 26: feijão buere

As amostras de alimentos foram colhidas nas zonas de produção e mercados da província de Nampula para conservação das verduras foram secas no meio ambiente na sombra, para evitar a perda de nutrientes.

No laboratório foram moídas, misturadas e submetidas aos devidos tratamentos exigidos para cada tipo de componente a determinar.

A amostragem foi feita obedecendo os seguintes passos:

i.) Colecta e Identificação

As amostras foram misturadas e acondicionadas em embalagens plásticas adequadas para não perder humidade, as quais foram devidamente identificadas [2].

ii.) Peso verde

O peso verde é o peso do material recebido. Após a sua obtenção, as amostras foram misturadas novamente e foram pesadas aproximadamente 100 gramas, colocando-as em sacos de papel. O peso verde é denominado de material verde ou como material recebido [2].

iii.) Secagem a 70 °C

Após obter o peso verde, as amostras ficaram na estufa a 70 °C, com ventilação forçada por 24 horas. Se as amostras não secaram devidamente, elas devem permanecer por 48 horas na estufa para a perda de humidade nesta temperatura. Percebe-se, ao pegar na mão, se a amostra não está bem seca. Foram retiradas para pesagem, depois que estas atingissem a temperatura ambiente [2].

iv.) Peso seco a 70°C

Depois da secagem na estufa a 70° C as amostras foram pesadas novamente. A matéria, depois da secagem a 70° C, também é denominada de matéria seca a 70° C [2].

v.) Moagem

Após a pesagem, as amostras foram moídas em um moinho. A moagem é necessária para obter - se um pó igualmente fino para todas as amostras e, por isso, todas as amostras foram moídas no mesmo moinho. Para não ocorrer a mistura das amostras é necessário ter cuidados com a limpeza do moinho antes de cada moagem [2].

vi.) Armazenamento

Após a moagem, a amostra deve estar bem acondicionada para evitar, tanto quanto possível, a humidade e contaminação [2].

5.2. Preparação das soluções**Mistura de ácido sulfúrico com selénio, solução “stock”**

1. Pesou-se 3.5 g de selénio (Se) no vidro de relógio;
2. Introduziu-se 1 L de ácido sulfúrico (97%) concentrado, com cuidado num beaker de 2 L;
3. Transferiu-se o selénio para o beaker com ácido sulfúrico concentrado e tapou-se com o vidro de relógio;
4. Dissolveu-se o selénio a quente por volta de 300°C durante 5 hora, a cor preta original do selénio em solução passa pelo azul á amarelo claro;
5. Deixou-se a solução arrefecer.

Solução extractora

1. Pesou-se 3.96 g do ácido salicílico;
2. Adicionou-se no ácido salicílico 55 mL da mistura do ácido sulfúrico com selénio;
3. Dissolveu-se com agitação automática.

Nota. Esta solução é estável por um período de 48 horas, normalmente na dissolução do ácido salicílico adiciona-se 150 mL da mistura do ácido sulfúrico com selénio para 50 amostras, e neste caso de só 22 amostras fez-se um cálculo tendo em conta que para cada tubo ensaio deve-se adicionar 2,5 mL para extracção.

Cálculos:

$$55 \text{ ml} = 2.5 \text{ ml} \times 22$$

Obs. 55 mL é o volume da solução extractora que se deve adicionar a 22 tubos de ensaio e para cada um adiciona-se 2.5 mL.

$$150 \text{ ml} = 2.5 \text{ ml} \times 50$$

Obs. 150 mL é o volume da solução extractora que se deve adicionar a 50 tubos de ensaio e para cada um adiciona-se 2.5 mL.

Para 150 mL de solução deve-se pesar 10.80 g de ácido salicílico e para 55 mL encontramos segundo o cálculo:

$$10.80 \text{ g} \text{ ----- } 150 \text{ mL}$$

$$X \text{ ----- } 55 \text{ mL}$$

$$X = 3.96 \text{ g,}$$

Obs. 3.96 g é a quantidade do ácido salicílico que se deve pesar para um volume de 55 mL da mistura do ácido sulfúrico com selénio.

Preparação da solução do hidróxido do sódio 30%

1. Pesou-se 300 g de hidróxido do sódio;
2. Dissolveu-se com água destilada, no beaker e foi transferido para um balão de 1000 mL.

Obs. Durante a dissociação verifica-se uma reacção exotérmica, por isso faz - se a dissolução num banho de água fria.

Molibdato de amónio + 1% de ácido sulfúrico

1. Pesou-se de 22 g de $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$, molibdato de amónio, no erlenmeyer previamente tarado de 2 L;
2. Adicionou-se cerca de 500 mL de água destilada;
3. Aqueceu-se a solução até clarear e deixou-se arrefecer;
4. Adicionou-se novamente água destilada;
5. Adicionou-se 250 mL de ácido sulfúrico concentrado;
6. Perfez-se o volume com água destilada.

A solução deve ser conservada num recipiente de polietileno e castanho, caso permaneça um precipitado deve - se filtrar a solução.

Reagente corante

1. Pesou-se 2,87 g de ácido ascórbico no vidro de relógio;
2. Pesou-se 0,074 g do tartarato duplo de amónio e potássio ($\text{KNH}_4\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$);
3. Os compostos pesados em 1 e 2 foram transferidos para um balão de 1000 mL;
4. Adicionou-se 500 mL de água destilada;
5. Agitou-se a mistura com um agitador magnético até dissolver completamente;
6. Adicionou-se 300mL de solução de molibdato de amónio + 1% de ácido sulfúrico (reagente);
7. Misturou-se bem (algumas vezes a cor ficava ligeiramente amarela);

8. Perfez-se o volume com água destilada;

9. Transferiu-se a solução para uma garrafa castanha.

Esta solução deve ser usada dentro de 24 horas, mas pode-se guardar por uma noite no refrigerador.

5.3. Determinação da humidade

Humidade corresponde à perda em peso sofrida pelo produto quando aquecido em condições nas quais a água é removida, onde na realidade não é somente água a ser removidas mas outras substâncias que se volatilizam nessas condições. O resíduo obtido no aquecimento directo é chamado de resíduo seco. Usualmente para aquecimento directo da amostra faz-se a 105°C [2].

Procedimentos:

- Pesou-se rigorosamente cerca de 0.300g da amostra para cadinhos de Pt tarados identificados por Ie II respectivamente;
- Colocou-se os cadinhos na estufa a 105°C durante 6 horas;
- Retirou-se os cadinhos da estufa, colocou-se no Excicador até o arrefecimento e pesou-se o cadinho com a amostra depois da estufa;
- Fez-se os cálculos para saber o peso da amostra depois de passar da estufa.

O cálculo da humidade foi feito com base no seguinte formulário:

$$\text{Humidade} = (m_a - m_b) / 100g$$

Onde:

m_a – peso da amostra húmida;

m_b – peso da amostra seca.

A tabela 1 mostra os teores de humidade das amostras.

Tabela 1: Resultados dos teores de humidade nas amostras

Amostra (nome vulgar)	Amostra (nome científico)	Humidade (g/100g)
Miole		2,2
Tseke	<i>Amaranthussp.</i>	8,39
Arroz	<i>Oryza sativa</i>	9,88
Feijão buere	<i>Cajanuscajans</i>	11,25
Matapa verde	<i>Manihotsculentacrantz</i>	7,11
Folha de piri-piri	<i>Cyperus giganteus</i>	8,62
Matapa vermelha	<i>Manihotsculentacrantz</i>	9,42
Feijão fava (maluco)	<i>Vicia faba</i>	8,64
Mexoeira	<i>Pennisetum glaucum</i>	7,04
Folha de feijão nhemba	<i>Vignaunguculata</i>	9,05
Batata-doce de polpa alaranjada	<i>Ipomea batatas</i>	8,66
Folha de abóbora	<i>Cucurbita sp</i>	6,99
Cacana	<i>Momordica balsamina</i>	9,23
Feijão soroco		10,43
Feijão jugo	<i>Vigna subterrânea</i>	9,41
Feijão nhemba	<i>Vignaunguculata</i>	10,67
Milho	<i>Zea mays</i>	8,63

5.4. Determinação do teor de proteínas nas plantas pelo método de Kjeldahl

Dissolução das amostras (digestão)

Secar as amostras durante uma noite à temperatura de 70 ° C, no dia seguinte deixar arrefecer as amostras no excicador durante duas horas, pesar 0,300g (e: 0,0001 g) da amostra seca e transferir para o tubo de digestão de 75 mL, incluindo o branco.

1. Adicionou-se 2,5 mL da solução extractora com umpipetador automático, agitou-se usando um agitador eléctrico específico (vortex) para tubos de ensaio de digestão de 75 mL;
2. Levou-se os tubos num porta tubos para o bloco digestor, regulou-se o digestor para uma temperatura de 100 ° C, e aquecer durante 2 horas;
3. Retirou-se os tubos do digestor depois de 2 horas e deixou-se arrefecer durante algum tempo, adicionou-se com cuidado 1 ml de H₂O₂ 30% (a reacção é violenta), fez a adição da H₂O₂ 30% três vezes e sempre a cada adição controlar a reacção deixando “cessar”, e agitar;

4. Levou-se os tubos para o bloco digestor novamente, desta vez aqueceu-se a uma temperatura de 330 ° C, por duas horas.

A digestão é completa quando a solução toma uma coloração amarela muito claro, retirou-se os tubos do digestor e deixou-se arrefecer, perfez-se o volume com água destilada.

Essa digestão fez para as três réplicas para cada amostra



Figura 27: bloco digestor usado no IIAM

Destilação

Do tubo de digestão tomar 15 mL da amostra e transferir para o tubo de destilação de Kjeldahl, automaticamente do digestor adicionar o hidróxido de sódio até o volume de 50 mL e ligar o destilador para iniciar a destilação [7].

A solução para a recolha do amónio que se liberta com aquecimento da solução amostra em meio alcalino, usou-se 10 mL do ácido bórico 2% com o vermelho de metilo como indicador, a presença do amónio na solução do ácido bórico verifica-se com o aparecimento da coloração verde [6][9].



Figura 29: aparelho de destilador de Kjeldahl usado no IIAM.

Titulação

A determinação do nitrogénio nas soluções é com base no método de titulação visual, foi usado o HCl 0,0002 M como solução titulante.

Cálculos:

Os cálculos foram realizados usando-se a seguinte fórmula:

$$\text{Para o cálculo de \% N a fórmula é: \% N} = \frac{(L-B) \times C_H \times N \times V_{a1}}{p \times V_{a2}} \quad \text{eq. 5}$$

O volume do branco foi de 1 mL.

Onde:

L – volume gasto na titulação, isto é, volume de HCl gasto;

B – volume gasto do titulante na titulação do branco;

C – concentração do HCl 0,0002 M;

N – peso atómico do nitrogénio (14 u.m.a);

V_{a1} – volume do tubo de digestão (75mL);

V_{a2} – volume tomado no tubo de digestão (15 mL);

P – peso da amostra em g.

o cálculo da percentagem da proteína é com base na seguinte fórmula:

$$\% \text{proteína} = \% \text{N} \times 6,25 \quad \text{eq. 6}$$

Onde: 6,25 é o factor empírico para transformar o número de gramas do N encontrado em número de grama de proteína.

A tabela 2 mostra os resultados obtidos, em termos de percentagem da proteína nas amostras “alimentos”.

Tabela 2: Resultados da quantidade de proteínas nas amostras em mg/100g.

Amostra (nome vulgar)	Amostra (Nome científico)	Proteínas (mg/100g)			Média
		1ª réplica	2ª réplica	3ª réplica	
Miole		6,88	5,56	5,81	6,08
Tseke	<i>Amaranthussp.</i>	16,25	25,63	28,13	23,33
Moringa	<i>moringaceae</i>	27,50	26,88	26,88	26,88
Arroz	<i>OryzaSativa L.</i>	6,88	8,75	9,38	8,33
Feijão Buere	<i>Cajanuscajans</i>	18,75	16,88	18,75	18,75
Matapa-verde	<i>Manihotsculentacrantz</i>	22,5	26,25	26,25	26,25
Folha de piri-piri		20,63	22,50	21,88	21,67
Matapa-vermelha	<i>Manihotsculentacrantz</i>	23,13	24,38	24,38	24,38
Feijão fava (maluco)	<i>Vicia faba</i>	25,00	23,75	25,63	24,79
Mexoeira	<i>Pennisetum glaucum</i>	14,38	10,00	15,00	13,13
Folha de feijão Nhemba	<i>Vignaunguculata</i>	33,75	32,5	33,75	33,75
Batata-doce de P.A	<i>Ipomea batatas</i>	4,38	6,88	5,00	5,42
Folha de abóbora	<i>Cucurbita sp.</i>	26,88	26,88	26,25	26,88
Cacana	<i>Momordica balsamina</i>	25,63	30,63	26,25	27,50
Feijão soroco		26,25	26,25	26,25	26,25
Feijão Jugo	<i>Vignasubterranea</i>	16,88	16,88	16,88	16,88
Feijão Nhemba	<i>Vignaunguculatacrantz</i>	20,00	20,00	21,25	20,00
Milho	<i>ZeaMay L.</i>	8,75	8,75	9,38	8,75
Amendoim	<i>ArachisHypogaea</i>	20,00	20,63	23,13	21,25
Gergelim	<i>Sesamumindium DC</i>	21,25	21,88	21,88	21,88

5.5. Determinação do teor de P-total nas plantas pelo método de espectrofotometria do UV-Vis.

A digestão é feita com a mistura do ácido sulfúrico com Selénio e ácido salicílico, a mesma digestão que foi feita para determinação do Nitrogénio.

Os fosfatos formados durante a digestão, formam complexo azul com adição do sal do molibdénio reduzindo-o. O surgimento da cor azul indica a presença dos fosfatos na solução cuja tonalidade da cor azul é de acordo com a quantidade do Fósforo na solução.

Este molibdénio fosforoso azul é determinado por espectrofotometria UV-Vis a um comprimento de onda de 882 nm[20].

Procedimento:

1. Pipetou-se 0 mL, 10 mL, 20 mL, 30 mL, 40, mL, 50 mL da solução padrão do fósforo ($S_0 - S_5$), para 6 erlenmeyer de 50 mL;
2. Pipetou-se 1 mL da solução amostra com uma micro pipeta e o branco para um erlenmeyer de 50 mL;
3. Adicionou-se em cada erlenmeyer 25 mL de água destilada;
4. Adicionou-se em cada erlenmeyer 15 mL da solução corante e homogeneizar;
5. Perfez-se o volume com água destilada e homogeneizar;
6. Deixou-se a solução azul em repouso durante 30 minutos.

As leituras das absorvâncias foram feitas a um comprimento de onda de 882 nm usando o aparelho abaixo.



Figura 29: espectrofotómetro UV- Vis usado para as análises disponibilizado pela IIAM.

Cálculos:

Os cálculos foram realizados usando o seguinte fórmula:

Para o cálculo de % P usou-se a seguinte fórmula:

$\%P =$

$$\frac{(A-B) \times V \times M_c \times V_{a1}}{p \times V_{a2} \times 10000} \quad \text{eq.7}$$

onde:

A – concentração da amostra em mmol/Kg p;

B – concentração do branco em mmol/Kg p;

V – volume original do tubo digestor (75 mL);

M_c – factor de correcção da mistura;

V_{a1} – volume tomado da solução padrão de fósforo (5 mL);

V_{a2} – volume tomado da amostra (1 mL);

P – peso da amostra.

A tabela 3 mostra os resultados obtidos na determinação de Fósforo por espectrofotometria de UV- Vis, apresentados em termos de percentagem do Fósforo nas amostras “alimentos”.

Tabela 3: Resultados da quantidade de Fósforo nas amostras em mg/kg.

Amostra (nome vulgar)	Amostra (nome científico)	Fosforo-total (mg/kg)			
		1ª réplica	2ª réplica	3ª réplica	Média
Miole		20,15	19,53	20,46	20,05
Tseke	<i>Amaranthus</i> sp.	58,90	59,52	57,66	58,69
Moringa	<i>moringaceae</i>	32,86	33,48	32,24	32,86
Arroz	<i>Oryza Sativa</i> L.	13,33	13,33	13,33	13,33
Feijão Buere	<i>Cajanus cajan</i>	30,69	29,45	30,69	30,69
Matapa-verde	<i>Manihot esculenta</i> crantz	40,61	40,61	39,37	40,61
Folha de piri-piri	<i>Cyperus giganteus</i>	52,08	53,32	52,08	52,08
Matapa-vermelha	<i>Manihot esculenta</i> crantz	23,25	23,87	22,63	23,25
Feijão fava (maluco)	<i>Vicia faba</i>	43,40	42,78	43,40	43,40
Mexoeira	<i>Pennisetum glaucum</i>	39,37	39,37	39,37	39,37
Folha de feijão Nhemba	<i>Vigna unguiculata</i>	73,78	72,85	73,78	73,78
Batata-doce de P.A	<i>Ipomea batatas</i>	12,09	13,33	11,78	12,40
Folha de abóbora	<i>Cucurbita</i> sp.	49,29	49,29	47,74	49,29
Cacana	<i>Momordica balsamina</i>	44,33	44,02	45,57	44,18
Feijão soroco		38,44	38,44	39,37	38,44
Feijão Jugo	<i>Vigna subterranea</i>	31,00	30,69	31,62	31,31
Feijão Nhemba	<i>Vigna unguiculata</i> crantz	33,79	33,79	35,03	33,79
Milho	<i>Zea mays</i> L.	36,58	36,58	36,58	36,58
Amendoim	<i>Arachis hypogaea</i>	50,53	50,53	49,91	50,53
Gergelim	<i>Sesamum indicum</i> DC	68,20	71,61	70,06	70,84

Para curva de calibração normal, se fez a leitura da série padrão preparado posteriormente, e com as absorvâncias lidas versus concentrações dos padrões, traçou-se uma curva de calibração como mostra a figura 22.

A tabela 4 mostra nos dados para a curva de calibração normal.

Tabela 4: Resultado das leituras de soluções padrão em termos de Absorvância para curva de calibração na determinação do Fósforo.

Padrão	Volume (mL) solução B	Concentração (mg p/L)	Absorvância X	%RSD
S ₀	0,0	0,0	0	0
S ₁	10	1,0	52	0
S ₂	20	2,0	106	0
S ₃	30	3,0	163	0
S ₄	40	4,0	227	0
S ₅	50	5,0	277	0

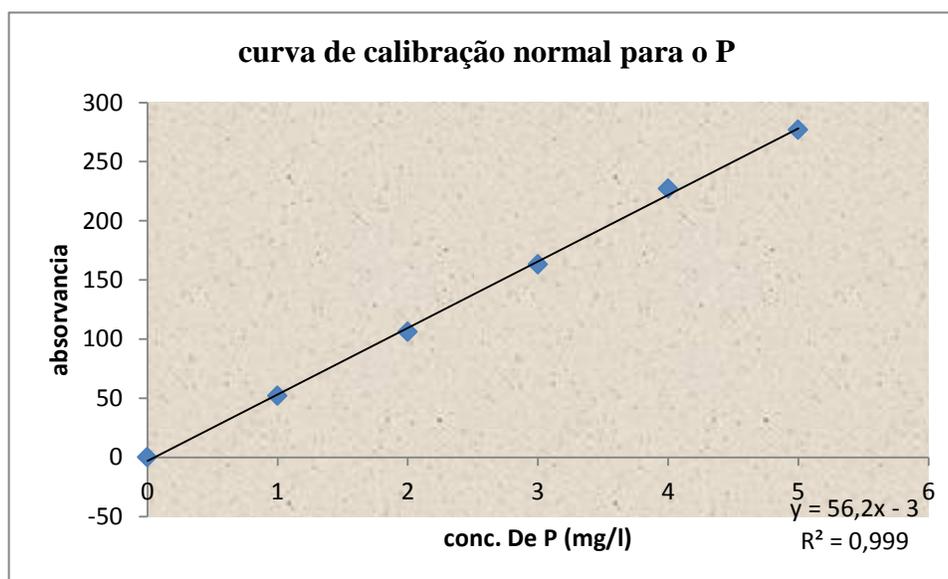


Figura 30 : curva de calibração normal para determinação do fósforo.

6. TRATAMENTO ESTATÍSTICO DE RESULTADOS

Em todo o tratamento estatístico, considerou-se um nível de probabilidade de 0,05 e, em função de número de graus de liberdade (ν), acharam-se os t_{crit} a partir da tabela de distribuição “t” de student [10].

No tratamento estatístico dos resultados foi feito primeiro o cálculo do desvio pela fórmula:

$$s = \sqrt{\frac{\sum (X - \bar{X})^2}{n - 1}} \quad \text{eq. 8}$$

a) Intervalo de confiança

Como o valor verdadeiro não pode ser exactamente determinado, há necessidade de usar-se em seu lugar um valor que possa ser aceite, com indicação do intervalo de confiança que irá incluir o valor verdadeiro [10].

Os limites de confiança para os valores experimentais foram calculados pela fórmula:

$$\bar{X} \pm t \frac{s}{\sqrt{n}} \quad \text{eq. 9}$$

Onde:

\bar{X} - é a média das concentrações obtidas experimentalmente numa amostra:

t- t de student;

s- desvio padrão da concentração;

n- número de determinações em uma amostra.

Para a rejeição de valores duvidosos foi usado o critério de Dixon ou prova Q.

$$Q = \frac{|\text{valor duvidoso} - \text{valor proximo ao duvidoso}|}{(\text{valor maior} - \text{valor menor})} \quad \text{eq. 10}$$

Cuja hipótese nula é H_0 : aceita-se o valor suspeito!

Q tabelado > Q calculado o valor duvidoso não pode ser rejeitado com um nível de confiança de 95%.

Para se obter valores de % RSD obedeceu se a seguinte formula:

$$RSD = \frac{S}{x} * 100\% \quad \text{eq.11}$$

Estatística para curva de calibração na determinação do Fósforo.

O limite de detecção (LD) foi obtido considerando-o como a inclinação da curva de calibração visto obedecer a lei de Lambert-Beer. Calculado usando a seguinte expressão:

$$L_D = a + 3s_{y/x} \quad \text{eq. 12}$$

Onde:

L_D – limite de detecção;

a – intersecção da recta;

$s_{Y/X}$ – desvio padrão do erro de estimação.

Da curva de calibração apresentada na figura foram determinados para as amostras: a intersecção “a”, o declive “b”, o coeficiente de correlação “r”, o desvio padrão da intersecção “ s_a ”, desvio padrão do declive “ s_b ”, o desvio padrão dos resíduos “ $s_{y/x}$ ”, usando o programa estatístico SGWin_5.1.

Tabela 9: Dados estatísticos de calibração para determinação do P.

Elemento	a	b	s_a	s_b	r^2	$s_{y/x}$	L_D
p	- 3	56.2	2.72729	0.90079	0.99949	3.76829	8.305

Tirados os dados estatísticos foram estabelecidos os limites de confiança de “a” e de “b”, para testar-se “a” inclui o valor zero e se “b” inclui o valor um. Estes limites foram calculados com base nas fórmulas, a um nível de confiança de 95% ($p = 0.05$).

$$a \pm t \times s_a$$

$$b \pm t \times s_b \quad \text{eqs. 12 e 13}$$

Os limites de confiança de “a” e de “b”, para o P estão apresentados na tabela seguinte.

Tabela 10: limites de confiança de “a” e de “b”, para o P.

Elemento	$a \pm t.s_a$	$b \pm t.s_b$	t_{crit}	n	N (n-2)
K	-3 ± 7.58	56.2 ± 2.50	2.78	6	4

7. INTERPRETAÇÃO DOS RESULTADOS

a) *Rejeição dos valores duvidosos usando o critério de Dixon ou prova Q.*

Pelo facto de na maioria das análises em cada uma das três determinações feitas para a determinação de Fósforo e proteína aparecer pelo menos um valor duvidoso “valores que estão em negrito nas tabelas “2 e 3”, isto é, um valor diferente dos restantes, houve a necessidade de se fazer uma análise dos “outliers”, para verificar se o valor duvidoso pode ser incluído no cálculo da média ou não, e para esta verificação aplicou-se o critério de Dixon que sustenta a seguinte hipótese nula: aceita-se o valor suspeito.

$Q_{\text{calculado}} > Q_{\text{critico}}$, rejeita-se a hipótese nula.

i. Determinação de proteínas

Na determinação de proteínas com base na tabela 2 pode-se verificar que no caso de *feijão soroco* e *feijão jugo* não foi verificado nenhum valor duvidoso, visto que para estas duas amostras nas três determinações foi encontrado o mesmo resultado.

No caso das amostras de *mirole*, *tseke*, *arroz*, *folha de piri-piri*, *feijao fava*, *mexoeira*, *batata-doce*, *cacana* e *amendoim* o valor duvidoso não foi rejeitado segundo a condição: $Q_{\text{critico}} > Q_{\text{calculado}}$ não rejeita se o valor duvidoso e a média foi obtida usando se todas as medidas.

Para as restantes amostras os valores duvidosos foram rejeitados segundo a condição: $Q_{\text{critico}} < Q_{\text{calculado}}$ o valor duvidoso pode ser rejeitado com um nível de confiança de 95% e a média foi obtida usando se os dois valores mais proximos.

ii. Determinação do Fósforo

Na determinação do Fósforo como podemos ver na tabela 3, pode se verificar que para o caso das amostras: *arroz*, *mexoeira* e *farinha de milho*, não se verificou nenhum valor duvidoso, visto que nestas amostras nas três determinações foi encontrado o mesmo resultado.

No caso das amostras de *mirole*, *moringa*, *matapa vermelha*, *batata-doce* o valor duvidoso não foi rejeitado segundo a condição: $Q_{\text{critico}} > Q_{\text{calculado}}$ não rejeita se o valor duvidoso.

Nas restantes amostras os valores duvidosos foram rejeitados e foram incluídos no cálculo da média apenas os dois valores mais próximos segundo a condição: $Q_{\text{crítico}} < Q_{\text{calculado}}$ o valor duvidoso pode ser rejeitado com um nível de confiança de 95%.

NB: O aparecimento de valores duvidosos pode ser justificado por alguns factores tais como: possível distração pela parte do observador no âmbito da realização das leituras, uma eventual irregularidade no processo da digestão da amostra e vários outros factores.

b) Intervalo de confiança

i. Determinação de proteína

Segundo o anexo pode se verificar que as amostras de *tseke*, *matapa verde*, *mexoeira*, *cacana*, *amendoim*, *batata-doce* e *arroz*, apresentam desvios relativamente grandes.

As amostras *feijão soroco* e *feijão jugo*, apresentam um desvio igual a zero, devido ao facto de que nas três determinações foi observado o mesmo valor. As restantes amostras apresentam um desvio igual a zero devido ao facto de depois da exclusão do valor duvidoso tendo restado dois valores iguais, sendo assim não havendo nenhum desvio.

Os desvios relativamente grandes podem ser justificados com o aparecimento de pelo menos um valor diferente dos restantes nas três determinações feitas em cada análise. Essas inconveniências podem ter resposta com os factores acima referidos.

A precisão do método varia de muito boa, boa a não boa, com os valores de %RSD igual a 0 para o caso das amostras *feijão soroco* e *feijão jugo*. Uma boa precisão foi verificada em todas amostras excepto as amostras de *amendoim*, *cacana*, *miolo*, *arroz*, *mexoeira*, *tseke*, *batata-doce* com os valores de RSD variando de 6 a 27.

O aparecimento de valores de RSD elevados, justifica-se pelo facto de nas três determinações feitas em cada análise aparecer pelo menos um valor diferente dos resultados das restantes determinações, por isso, o surgimento de grandes desvios e consequentemente valores muito elevados de RSD.

Como se pode observar no anexo, a folha apresenta maior quantidade de proteínas em relação ao seu respectivo legume e também em relação aos cereais, como por exemplo, folha de feijão nhemba e o próprio feijão nhemba, a folha apresenta o teor de proteínas (33,33 +/- 1,79 mg/100g) elevado em relação ao próprio feijão (20,42 +/- 1,79 mg/100g).

ii. Determinação do Fósforo

Com relação ao Fósforo a amostras que apresentam um desvio relativamente grande é *batata-doce* com o valor de RSD igual a 7, enquanto as amostras de *arroz*, *mexoeira* e *farinha de milho*, apresentam um desvio igual a zero, e as restantes amostras têm um desvio razoável.

Com relação aos padrões para estabelecimento da curva de calibração e também para as amostras de *arroz*, *mexoeira* e *farinha de milho*, a precisão foi muito boa com os valores de %RSD iguais a zero.

Quanto ao Fósforo a maior quantidade verifica-se nas folhas tal como acontece no caso do teor de proteínas em relação aos seus respectivos legumes a amostra com o teor mais elevado do Fósforo é o gergelim (70.84+/- 4.24 mg/100g), esta situação pode se certificar na tabela A2-2 em anexo.

NB: a exactidão dos métodos **KJELDAHL** e **EAM**, para determinação do Nitrogénio e Fósforo respectivamente, não foi estudada devido a falta de materiais de referência e também dos valores conhecidos.

c) Estatística para curva de calibração na determinação do fósforo.

Segundo os valores do r^2 , podemos verificar que existe uma boa correlação linear entre os valores de concentração e da Absorvância para a determinação do Fósforo. Cumprindo-se desta forma a hipótese nula:

$H_0: r=1$, isto é, existe concordância linear entre os valores da concentração e das absorvâncias.

Analisando a partir do teste estatístico da regressão linear verifica-se que: $a \pm t.s_a$

-3 ± 7.58 , isto é, não há desvios translacionais pois o “a” inclui o 0; e $b \pm t.s_b$ 56.2 ± 2.50 , isto é, não há desvios rotacionais o “b” inclui o 1.

8. CONCLUSÕES

De acordo com os resultados obtidos verifica-se que:

- O teor das proteínas nas amostras analisadas variam de 5,42 mg/ 100g a 33,75 mg/ 100g, sendo a amostra que apresenta maior teor de proteínas a folha de feijão nhemba com 33,75 mg/ 100g, seguida por cacana com (27,50 mg/ 100g), moringa (26,88 mg/ 100g), folha de abóbora (26,88 mg/ 100g), matapa-verde e feijão soroco com 26.88 mg/ 100g, respectivamente.
- As amostras que apresentam a menor quantidade da proteína são: batata-doce (5,42 mg/ 100g), miole (6,08 mg/ 100g), arroz (8,33 mg/ 100g) e milho (8,75 mg/ 100g). Os alimentos que apresentam baixo teor de proteínas segundo a literatura são mais ricos em carboidratos e sais minerais.
- O teor do Fósforo, é maior na folha de feijão nhemba (73,78 mg/ kg) e gergelim (70,84 mg/ kg), em relação a batata-doce (12,40 mg/ kg) e arroz (13,33 mg/ kg).

Analisando os resultados acima, conclui-se que a folha de feijão nhemba é mais rica em proteínas e Fósforo, relativamente, aos restantes alimentos analisados neste trabalho, e em relação ao próprio feijão nhemba com 20 mg/ 100g de proteínas e 33,78 mg/ kg de Fósforo.

O método de Kjeldah, é preciso na determinação da proteína, porem não tendo se observado boa precisão na análise das amostras de *amendoim, cacana, miole, arroz, mexoeira, tseke, batata-doce* com os valores de RSD variando de 6 a 27.

Para o caso da determinação do Fósforo pelo método de espectrofotometria de UV-Vis, o método mostrou-se preciso na análise de todas amostras excepto a amostra de *batata-doce* que apresenta um valor de RSD de 7.

9. RECOMENDAÇÕES

- As amostras devem ser convenientemente conservadas nos lugares secos em sacos plásticos, ou em um outro recipiente adequado para evitar contaminações ambientais;
- Sempre que se usa aparelho de destilação do Kjeldahl, deve-se, antes de começar a destilação lavar bem o tubo de destilação e também o tubo de recolha;
- No caso do espectrofotómetro deve-se deixar estabilizar bem o comprimento de onda pelo menos por cerca de 30 minutos depois de se ligar o aparelho. As soluções amostras para a leitura devem ter uma coloração com a tonalidade de tal forma que estejam dentro da tonalidade da coloração da série padrão e, aspiração da solução deve ser cuidadosa para evitar interferência na leitura da solução seguinte.
- Para uma melhor precisão dos métodos empregados neste trabalho, todas as análises devem ser feitas considerando réplicas, isto é, preparar três ou mais soluções da mesma maneira.
- Para os futuros trabalhos do género, deveria-se encontrar material de referência ou valores conhecidos ou então aplicar - se métodos diferentes para as análises pelo menos dois métodos, para melhor credenciar os resultados.

BIBLIOGRAFIA

1. ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS.(1984). Official methods of analysis.Washington: Association of Official Agricultural Chemists. 937 p.
2. Cecchi, H. C. (1999). Fundamentos Teóricos e práticas em análise de alimentos/ HeloisaMasciaCecchi – Campinas, SP editora da Unicamp, pp. 39 – 66.
3. Gonçalves, M. L. S (1989). Métodos instrumentais para análise de soluções, análise química quantitativa, 2ª edição fundação Calouste Gulbenkian, Lisboa, pp. 99 – 125.
4. <http://alimentacaoparatos.bloguepessoal.com/81043/A-importancia-da-Alimentacao> / acessados no dia 14 de Março de 2011.
5. Houba, V. W; Van, V.I. and Lee, V.D. J. J. (1989). plant analysis procedures (part 7, chapter 2.2). Department of soil science and plant analysis.Wageningen, the Netlerlands.
6. I. Walinga,; Van V.V. J. G, et al. (1989). plant analysis procedures (soil and plant analysis, part 7) 1^{first}ed. Wageningen Agricultural University series de syllabus.
7. Jacobs, M. B (1973). the chemical analysis of foods and food products. Robert Kriegerpublishingco. Mc. New York, 3rd Ed.
8. James L. G. S, Cassamo M.T.R. (1996-97). Segurança alimentar e nutrição em Moçambique: Características, determinantes e previsões estratégicas PovertyandWell-Beingin Mozambique:
9. Joslyn, M. A. (1970). Methods in food analysis (physical, chemical, and instrumental methods of analysis).Academicpress, New Yorkin London
10. Kin, F. D. (1996). Manual de estatística aplicada à química analítica, departamento de química, faculdade de ciências, UEM, pp. 14 -51.

11. Krom, M. D. (1980). A study of modified Berthelot reaction using salicylaty.
12. Miller, J. C and Miller, J. N. (2000). Statistics for analytical chemistry, 4th edition, Ellis Horwood LTD, England, 271 p
13. N. Glinka. (1984). Química geral volume 2, editora MIR Moscovo pp. 71 – 97.
14. Pomeranz, Y. and Meloan. (1982). food analysis: theory and practice. AVI publishing company, inc. Westport, commecticut, 2nded.
15. Prof. Raul Vicenzi. Apostila de Bromatologia, unijui - universidade regional do noroeste do estado do rsdcsa – departamento de ciências da saúde curso de nutrição.
16. Raúl Pitoro (MSU/IIAM). (2007). Seminário sobre Desenvolvimento e Transferência de Tecnologias Agrárias em Moçambique Nampula
17. SETSAN, (Secretariado técnico de segurança alimentar e nutricional). (2008). Relatório da Monitoria da Segurança alimentar e Nutricional em Moçambique.
18. SETSAN, (Secretariado técnico de segurança alimentar e nutricional). (2007). Estudo de base de Segurança Alimentar e Nutricional em Moçambique.
19. Skoog, D. A e Holler, F.J, and Nieman, T.A (1998). Principles of instrumental analysis, 5th edition, Saunders college publishing, New York, pp 206-227.
20. Skoog, D. A e Leary, J. J (1998). Principles of instrumental analysis, 4th edition, Saunders college pp 201-223.
21. Skoog. and West et al, (2010). Fundamentos de química analítica, 8^a edição, norte Americana.

22. Tellefson, J. R. (1980). Calibration in Kjeldahl protein analysis. *Cereal **foodsworld***, **24**(1) p. 54

ANEXOS

Anexo 1 – As tabelas em Anexo mostramos resultados de comparação do $Q_{\text{calculado}}$ e Q_{tabelado} , para se verificar inclusão dos valores duvidosos no cálculo da média de proteína e Fósforo em cada análise.

Tabela A1-1: Comparação do $Q_{\text{calculado}}$ e Q_{tabelado} na determinação da proteína.

amostra	elemento	Valor duvidoso	média	Desvio padrão	$Q_{\text{calculado}}$	Q_{tabelado}
Miole	N	6,88	6,08	0,701	0,81	0,97
Tseke	N	16,25	23,33	6,257	0,79	0,97
Moringa	N	27,50	26,88	0,000	1,00	0,97
Arroz	N	6,88	8,33	1,300	0,75	0,97
Feijão Buere	N	16,88	18,75	1,079	1,00	0,97
Matapa-verde	N	22,50	26,25	0,000	1,00	0,97
Folha de piri-piri	N	20,63	21,67	0,952	0,67	0,97
Matapa-vermelha	N	23,13	24,38	0,000	1,00	0,97
Feijão fava (maluco)	N	23,75	24,79	0,957	0,66	0,97
Mexoeira	N	10,00	13,13	2,725	0,88	0,97
Folha de feijão Nhemba	N	32,5	33,75	0,000	1,00	0,97
Batata-doce de P.A	N	4,38	5,42	1,302	0,75	0,97
Folha de abóbora	N	26,25	26,88	0,000	1,00	0,97
Cacana	N	30,63	27,50	2,725	0,88	0,97
Feijão soroco	N	26,25	0,000
Feijão Jugo	N	16,88	0,000
Feijão Nhemba	N	21,25	20,00	0,000	1,00	0,97
Milho	N	9,38	8,75	0,000	1,00	0,97
Amendoim	N	23,13	21,25	1,655	0,80	0,97
Gergelim	N	21,25	21,88	0,000	1,00	0,97

Tabela A1-2: Comparação do $Q_{\text{calculado}}$ e Q_{tabelado} na determinação do Fósforo.

amostra	elemento	Valor duvidoso	média	Desvio padrão	$Q_{\text{calculado}}$	Q_{tabelado}
Miole	P	19,53	20,05	0,474	0,67	0,97
Tseke	P	58,69	0,947
Moringa	P	33,48	32,86	0,620	0,50	0,97
Arroz	P	13,33	0,000
Feijão Buere	P	29,45	30,69	0,000	1,00	0,97
Matapa-verde	P	39,37	40,61	0,000	1,00	0,97
Folha de piri-piri	P	53,32	52,08	0,000	1,00	0,97
Matapa-vermelha	P	22,63	23,25	0,620	0,50	0,97
Feijão fava (maluco)	P	42,78	43,40	0,000	1,00	0,97
Mexoeira	P	39,37	0,000
Folha de feijão Nhemba	P	72,85	73,78	0,000	1,00	0,97
Batata-doce de P.A	P	13,33	12,40	0,820	0,20	0,97
Folha de abóbora	P	47,74	49,29	0,000	1,00	0,97
Cacana	P	45,57	44,18	0,820	1,00	0,97
Feijão soroco	P	39,37	38,44	0,000	1,00	0,97
Feijão Jugo	P	30,69	31,31	0,474	1,00	0,97
Feijão Nhemba	P	35,03	33,79	0,000	1,00	0,97
Milho	P	36,58	0,000
Amendoim	P	49,91	50,53	0,000	1,00	0,97
Gergelim	P	68,20	70,84	1,707	1,00	0,97

$Q_{\text{tabelado}} (v = n = 3; \sigma = 0,05; 2 T) = 0,97$

Anexo 2 - As tabelas em Anexo mostram os intervalos de confiança para a média e valore de %RSD encontrados em cada análise na determinação de proteínas e Fósforo nas amostras, a um nível de confiança de 95 %.

Tabela A2-1: Intervalos de confiança para a média e valores de %RSD na determinação de proteínas.

amostra	elemento	t critico	n	s	%RSD	média	$X \pm t.s/n^{1/2}$
Miole	N	4,30	3	0,701	12,00	6,08	6,08 +/- 1,735
Tseke	N	4,30	3	6,257	27,00	23,34	26,34+/- 22,45
Moringa	N	12,7	2	0,000	0,00	26,88	27,09 +/- 0,00
Arroz	N	4,30	3	1,300	16,00	8,33	8,33 +/- 3,23
Feijão Buere	N	12,7	2	0,000	0,00	18,75	18,75+/- 0,00
Matapa-verde	N	4,30	3	0,000	0,00	26,25	25,00+/- 5,38
Folha de piri-piri	N	4,30	3	0,952	4,00	21,67	21,67+/- 2,37
Matapa-vermelha	N	12,7	2	0,000	0,00	24,38	23,96 +/- 0,00
Feijão fava (maluco)	N	4,30	2	0,957	3,00	24,79	24,79 +/- 2,38
Mexoeira	N	4,30	3	2,725	20,00	13,13	13,13 +/- 6,68
Folha de feijão Nhemba	N	12,7	2	0,000	0,00	33,75	33,33 +/- 0,00
Batata-doce de P.A	N	4,30	3	1,302	24,00	5,42	5,42 +/- 3,23
Folha de abóbora	N	12,7	2	0,000	0,00	26,88	26,67+/- 0,00
Cacana	N	4,30	2	2,725	10,00	27,50	27,50+/- 6,77
Feijão soroco	N	4,30	3	0,000	0,00	26,25	26,25+/-0,00
Feijão Jugo	N	4,30	3	0,000	0,00	16,88	16,88+/-0,00
Feijão Nhemba	N	12,7	2	0,000	0,00	20,00	20,42 +/-0,00
Milho	N	12,7	2	0,000	0,00	8,75	8,96+/- 0,00
Amendoim	N	4,30	3	1,655	8,00	21,25	21,25 +/-4,11
Gergelim	N	12,7	2	0,000	0,00	21,88	21,67+/- 0,00

Tabela A2-2: Intervalos de confiança para a média e valores de %RSD na determinação do fósforo.

amostra	elemento	t critico	n	s	%RSD	Media	$X \pm t.s/n^{1/2}$
Miole	P	4,30	3	0,474	2,00	20,05	20,05+/- 1,18
Tseke	P	4,30	3	0,947	2,00	58,69	58,69+/- 2,35
Moringa	P	4,30	3	0,620	2,00	32,86	32,86 +/- 1,54
Arroz	P	4,30	3	0,000	0,00	13,33	13,33+/-0,00
Feijão Buere	P	12,70	2	0,000	0,00	30,69	30,69+/- 0,00
Matapa-verde	P	12,70	2	0,000	0,00	40,61	40,61+/- 0,00
Folha de piri-piri	P	12,70	2	0,000	0,00	52,08	52,08+/- 0,00
Matapa-vermelha	P	4,30	3	0,620	3,00	23,25	23,25 +/- 1,54
Feijão fava (maluco)	P	12,70	2	0,000	0,00	43,40	43,40 +/- 0,00
Mexoeira	P	4,30	3	0,000	0,00	39,37	39,37+/-0,00
Folha de feijão Nhemba	P	12,70	2	0,000	0,00	73,78	73,78+/- 0,00
Batata-doce de P.A	P	4,30	3	0,820	7,00	12,40	12,40 +/- 2,04
Folha de abóbora	P	12,70	2	0,000	0,00	49,29	49,29+/- 0,00
Cacana	P	4,30	3	0,820	2,00	44,18	44,18+/- 2,04
Feijão soroco	P	12,70	2	0,000	0,00	38,44	38,44+/- 0,00
Feijão Jugo	P	4,30	3	0,474	2,00	31,31	31,31+/- 1,18
Feijão Nhemba	P	12,70	2	0,000	0,00	33,79	33,79 +/- 0,00
Milho	P	12,70	2	0,000	0,00	36,58	36,58+/-0,00
Amendoim	P	12,70	2	0,000	0,00	50,53	50,53 +/-0,00
Gergelim	P	4,30	3	1,707	2,00	70,84	70,84+/- 4,24

$t_{\text{critico}} (v = n - 1 = 2; n = 3; \sigma = 0,05; 2 T) = 4,30$

$t_{\text{critico}} (v = 2 - 1 = 1; n = 2; \sigma = 0,05; 2 T) = 12,7$

