

## FRAUDES DA PIMENTA DO REINO PRETA (*PIPER NIGRUM*) MOÍDA \*

Neusa Vitória Valério SILVEIRA \*\*  
Claydes de Quadros ZAMBONI \*\*  
Mickiko Y. TAKAHASHI \*\*

RIALAG/560

SILVEIRA, N.V.V.; ZAMBONI, C.Q. & TAKAHASHI, M.Y. — Fraudes da pimenta do reino preta (*Piper nigrum*) moída. Rev. Inst. Adolfo Lutz, 43(1/2): 69-79, 1983.

**RESUMO:** Foram analisadas 103 amostras de pimenta do reino preta moída, comercializada na cidade de São Paulo e 15 da mesma pimenta, comercializada na cidade do Rio de Janeiro, com a finalidade de verificar fraudes e principalmente detectar semente de mamão moída que, conforme várias denúncias, estaria sendo adicionada a esse tipo de produto. Foram também estudadas amostras de pimenta do reino preta moída, de semente de mamão moída, e de misturas de pimenta do reino preta e semente de mamão moídas, preparadas no laboratório. As amostras foram submetidas a análise físico-química, exame microscópico e cromatografia em camada delgada. Não foi detectada a presença de semente de mamão nas amostras do comércio. Entretanto, o exame microscópico revelou que em 60% das amostras havia fraude, sendo identificados como adulterantes amidos de milho, trigo e mandioca, farinha de trigo, fubá, farinha de mandioca, pedúnculos da pimenta do reino, e matéria arenosa. Nas misturas preparadas foi possível observar maior sensibilidade ao exame microscópico em relação à cromatografia em camada delgada, pois este método somente detectou semente de mamão em misturas contendo 20% dessas sementes, enquanto que o exame microscópico detectou esse adulterante na proporção de 1%. Foi sugerida a redução dos limites permitidos pela legislação em vigor do resíduo mineral fixo de 7% para 4%, e do resíduo mineral fixo insolúvel em ácido clorídrico (1+9), de 1,5% para 1%. O extrato alcoólico estava abaixo dos limites exigidos pela legislação em 67% das amostras.

**DESCRITORES:** pimenta do reino preta (*Piper nigrum*) moída, análise; pimenta do reino preta (*Piper nigrum*) moída, detecção de fraudes; mamão (*Carica papaya*), semente, análise.

### INTRODUÇÃO

Em nosso trabalho de pesquisa temos verificado que a fraude é sempre mais comum e possível nos produtos alimentícios que se apresentam finamente divididos, como os pós.

A pimenta do reino moída também não foge a essa regra, ainda mais por ser um condimento relativamente caro.

Uma das características da pimenta do reino fraudada é o baixo teor de extrato alcoólico.

Em trabalho realizado por BUENO<sup>2</sup>, foram estudadas 100 amostras de pimenta do reino moída recebidas para análise e mais 16 amostras preparadas no laboratório a partir de pimenta do reino em grão. A autora verificou que, em média, o extrato era de 9,2%, tendo sugerido, portanto, a diminuição da exigência do teor de extrato alcoólico que, na legislação em vigor na época, era de 15%. A legislação atual exige 8% para a pimenta do reino preta e 7% para a branca calculados na substância seca<sup>1,9</sup>.

\* Realizado na Seção de Óleos, Gordura e Condimentos, Seção de Microscopia Alimentar e Seção de Aditivos do Instituto Adolfo Lutz, São Paulo, SP. Apresentado no 1.º Congresso de Farmácia e Bioquímica da Baixada Santista, Guarujá, SP, nov./dez. 1983.

\*\* Do Instituto Adolfo Lutz.

Entretanto, nas várias análises efetuadas, raramente conseguimos um extrato alcoólico superior a 9%.

Em 1981 houve uma denúncia de que estariam substituindo a pimenta do reino moída por semente de mamão (*Carica papaya*) seca e moída. Idealizamos então o presente trabalho cuja finalidade é a de verificar as fraudes da pimenta do reino moída, em relação às características físico-químicas, ao exame microscópico e à cromatografia em camada delgada.

## MATERIAL E MÉTODOS

Foram analisadas 103 amostras de 47 marcas de pimenta do reino, moída, de julho de 1981 a fevereiro de 1983. As amostras foram colhidas pela Divisão de Alimentação Pública nos vários supermercados e mercearias da Capital. Foram analisadas também 15 amostras de 5 marcas diferentes de pimenta do reino moída, adquiridas na cidade do Rio de Janeiro.

A fim de verificar o comportamento das misturas de pimenta do reino e semente de mamão, foram preparadas amostras de pimenta do reino em grão, moída no laboratório, de sementes de mamão secas e moídas e de misturas de pimenta do reino e semente de mamão nas proporções de 1%, 5% e 10% de semente de mamão moída para a pimenta.

### Análise físico-química

Esta análise foi baseada nas Normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz<sup>7</sup>.

### Cromatografia em camada delgada

O extrato alcoólico obtido foi submetido a cromatografia em camada delgada, obedecendo à seguinte técnica:

#### Placas

As placas de vidro de 20 x 20 cm para a cromatografia foram preparadas com a mistura de uma parte de sílica gel G 60 e duas partes de água, secas ao ar livre e colocadas em estufa a 120°C, por duas horas.

#### Solvente

Benzeno .....	90 ml
Acetato de etila .....	10 ml
Ácido acético glacial .....	1 ml

#### Revelador

Ácido sulfúrico 1:1

### Procedimento

**Extrato alcoólico das amostras de pimenta adquiridas no comércio** — Coloque 25 µl de solução de extrato alcoólico a 50% na placa. Corra o cromatograma até atingir a altura de aproximadamente 15 cm. Seque ao ar livre. Pulverize com o revelador e, em seguida, coloque em estufa a 105°C, até as manchas aparecerem.

**Extrato em acetato de etila das amostras preparadas no laboratório** — Pese 2 g de semente de mamão moída, 2 g de pimenta do reino e 2 g de cada uma das misturas preparadas no laboratório. Adicione 25 ml de ace-

tato de etila e deixe em repouso por 4 horas. Filtre, aspire 25 µl do filtrado e pingue na placa. Corra o cromatograma até atingir a altura de aproximadamente 15 cm. Seque ao ar livre. Pulverize com o revelador e, em seguida, coloque em estufa a 105°C até as manchas aparecerem.

**Leitura do cromatograma** — A amostra de semente de mamão apresentou manchas lilases no ponto de aplicação, manchas roxas em Rf = 0,40, e manchas fluorescentes na linha do "front".

A amostra de pimenta do reino apresentou um aglomerado fortemente colorido de rosa, marron, azul, marron claro e cauda mais clara nesses tons. Na linha do "front" apresentou manchas de cor vinho-claro. Nas misturas preparadas, não se distinguiram manchas características de semente de mamão porque foram encobertas pelas manchas de pimenta do reino. A distinção das manchas só foi verificada com proporção superior a 20% de semente de mamão para a pimenta.

### Exame microscópico

O exame microscópico constou da identificação de elementos histológicos da pimenta do reino e de elementos histológicos da planta de origem que não possuíam as características de condimento. Foi feita também a pesquisa de sujidades, principalmente areia e terra. A técnica empregada para este exame foi a descrita em Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz<sup>8</sup>, com algumas modificações:

**Pesquisa de amidos estranhos ao produto** — Faça lâmina direta do condimento em pó para verificar a presença destes amidos.

**Pesquisa de elementos histológicos estranhos à composição normal do produto** — Pese de 0,5 a 1 g do condimento em pó em vidro de relógio ou cápsula de porcelana, junte 20 ml de solução de hipoclorito de sódio; deixe em repouso por uma hora; filtre em funil de haste longa, usando papel de pregas; lave várias vezes com água para retirar o excesso de hipoclorito. Retire o papel do funil, coloque em placa de Petri e faça lâminas usando água glicerinada e lugol para pesquisa de elementos histológicos estranhos à composição normal do produto. A filtração pode ser também executada a vácuo, usando funil de Büchner. Os elementos histológicos característicos da pimenta do reino e da semente de mamão são descritos por WINTON & WINTON<sup>10, 11</sup>, e os da pimenta do reino, por MENEZES JR.<sup>4</sup>, PARRY<sup>5</sup> e PEARSON<sup>6</sup>.

**Pesquisa de areia e terra** — Em um copo cônico contendo 60 ml de clorofórmio, coloque aos poucos 10 g da amostra sobre a superfície do clorofórmio. A areia e a terra sedimentam imediatamente. Decante o clorofórmio e examine o resíduo ao microscópio estereoscópico.

## RESULTADOS

Os resultados obtidos estão relacionados nas tabelas 1, 2, 3 e 4, e figura, nas páginas seguintes.

TABELA 1

*Determinações físico-químicas, identificação microscópica e por cromatografia em camada delgada, em amostras de pimenta do reino moída comercializada nas cidades de São Paulo e do Rio de Janeiro*

(*Continua*)

Amostra n.º	Determinações físico-químicas				Identificação microscópica	Identificação por Cromatografia em camada delgada
	Substâncias voláteis a 105°C g/100 g (p/p)	Extrato alcoólico na substância seca g/100 g (p/p)	Resíduo mineral fixo g/100 g (p/p)	Resíduo mineral fixo insolúvel em HCl (1+9) g/100 g (p/p)		
1	10,78	7,61	3,97	0,85	pimenta, milho	pimenta
2	11,91	6,99	4,16	0,97	pimenta, milho	pimenta
3	10,69	2,20	10,40	4,41	pimenta, milho, matéria arenosa	pimenta
4	10,75	6,95	4,05	0,97	pimenta, milho	pimenta
5	11,13	2,52	2,57	0,86	pimenta, milho	pimenta
6	11,84	3,37	1,10	0,15	pimenta	pimenta
7	10,95	3,06	3,34	0,15	pimenta	pimenta
8	9,68	4,02	3,53	0,04	pimenta, trigo, milho	pimenta
9	10,54	7,63	3,77	0,91	pimenta, milho	pimenta
10	12,19	7,86	3,86	0,19	pimenta, milho	pimenta
11	11,27	9,49	4,22	0,43	pimenta	pimenta
12	10,82	4,22	6,97	2,46	pimenta, milho	pimenta
13	11,24	4,47	5,48	1,55	pimenta, milho, matéria arenosa	pimenta
14	11,34	5,04	3,55	0,25	pimenta, milho	pimenta
15	10,02	4,20	7,22	2,41	pimenta, milho matéria arenosa	pimenta
16	10,55	4,59	5,99	2,54	pimenta, milho matéria arenosa	pimenta
17	11,57	7,56	5,02	0,41	pimenta, milho matéria arenosa	pimenta
18	10,81	7,32	3,77	0,10	pimenta	pimenta
19	10,43	3,36	6,77	3,90	pimenta, milho matéria arenosa	pimenta
20	11,12	2,79	3,96	6,89	pimenta, milho, matéria arenosa	pimenta
21	10,39	2,12	5,49	3,55	pimenta, milho, matéria arenosa	pimenta

(continuação)

Amostra n.º	Determinações físico-químicas				Identificação microscópica	Identificação por Cromatografia em camada delgada
	Substâncias voláteis a 105°C g/100 g (p/p)	Extrato alcoólico na substância seca g/100 g (p/p)	Resíduo mineral fixo g/100 g (p/p)	Resíduo mineral fixo insolúvel em HCl (1+9) g/100 g (p/p)		
22	10,69	3,81	6,14	3,51	pimenta, milho, matéria arenosa	pimenta
23	10,92	4,63	7,82	4,67	pimenta, milho, matéria arenosa	pimenta
24	11,02	3,20	3,86	0,03	pimenta	pimenta
25	11,55	6,53	4,21	0,77	pimenta, milho, matéria arenosa	pimenta
26	11,78	6,27	4,93	0,58	pimenta, milho, matéria arenosa	pimenta
27	10,91	2,76	5,23	0,14	pimenta, matéria arenosa	pimenta
28	11,77	1,65	4,46	2,60	pimenta, milho, matéria arenosa	pimenta
29	11,39	6,32	3,64	0,08	pimenta, matéria arenosa	pimenta
30	12,57	9,15	0,87	0,03	pimenta	pimenta
31	12,19	3,34	2,82	0,14	pimenta	pimenta
32	12,63	7,63	4,18	0,40	pimenta, matéria arenosa	pimenta
33	11,10	10,37	4,85	0,03	pimenta	pimenta
34	12,91	9,11	1,18	0,23	pimenta	pimenta
35	13,14	9,99	0,93	0,01	pimenta	pimenta
36	12,54	10,24	4,42	0,57	pimenta	pimenta
37	12,33	9,81	4,53	0,55	pimenta	pimenta
38	10,58	5,92	4,66	1,04	pimenta, milho, matéria arenosa	pimenta
39	10,88	9,66	4,29	0,87	pimenta, mandioca	pimenta
40	12,02	7,34	3,65	0,62	pimenta	pimenta
41	12,37	6,49	3,59	0,38	pimenta	pimenta
42	12,67	6,22	3,59	0,28	pimenta	pimenta
43	10,64	8,26	3,85	0,40	pimenta	pimenta
44	11,55	8,09	3,60	0,05	pimenta	pimenta
45	10,80	4,28	6,00	1,96	pimenta, milho	pimenta
46	10,96	5,38	4,24	0,70	pimenta, milho	pimenta
47	11,86	1,41	6,38	3,83	pimenta, milho	pimenta
48	11,33	8,90	4,29	0,61	pimenta	pimenta
49	11,10	6,71	3,46	0,55	pimenta, milho	pimenta

(continuação)

Amostra n.º	Determinações físico-químicas				Identificação microscópica	Identificação por Cromatografia em camada delgada
	Substâncias voláteis a 105°C g/100 g (p/p)	Extrato alcoólico na substância seca g/100 g (p/p)	Resíduo mineral fixo g/100 g (p/p)	Resíduo mineral fixo insolúvel em HCl (1+9) g/100 g (p/p)		
50	10,50	2,90	9,58	6,53	pimenta, elemento histológico do pedúnculo, milho, matéria arenosa	pimenta
51	11,41	7,49	4,17	0,72	pimenta, milho	pimenta
52	10,83	7,59	3,46	0,50	pimenta	pimenta
53	10,55	4,53	3,50	0,64	pimenta	pimenta
54	10,84	1,33	5,89	2,59	pimenta, milho	pimenta
55	11,32	7,28	3,34	0,69	pimenta, milho	pimenta
56	10,72	9,11	6,43	0,11	pimenta	pimenta
57	12,22	7,69	4,79	0,93	pimenta, milho	pimenta
58	12,48	5,57	2,65	0,01	pimenta, milho	pimenta
59	10,26	3,85	6,28	2,02	pimenta, milho	pimenta
60	11,73	7,19	3,68	0,38	pimenta, milho, matéria arenosa	pimenta
61	12,22	7,92	4,15	0,37	pimenta	pimenta
62	11,49	7,28	3,71	0,20	pimenta	pimenta
63	10,73	3,78	5,08	0,18	pimenta, matéria arenosa	pimenta
64	10,23	1,13	11,69	8,10	pimenta, milho, matéria arenosa	pimenta
65	11,24	7,23	5,51	1,81	pimenta, matéria arenosa	pimenta
66	10,97	2,84	5,96	2,82	pimenta, milho, matéria arenosa	pimenta
67	11,95	7,31	3,31	0,14	pimenta	pimenta
68	9,61	2,27	14,73	11,75	pimenta, milho, matéria arenosa	pimenta
69	9,80	7,05	10,96	5,75	pimenta, matéria arenosa	pimenta
70	9,58	7,62	4,40	0,16	pimenta, matéria arenosa	pimenta
71	11,01	7,67	3,74	0,23	pimenta, matéria arenosa	pimenta
72	11,15	7,78	4,26	0,43	pimenta, matéria arenosa	pimenta
73	10,43	5,94	12,92	8,32	pimenta, erva-doce, matéria arenosa	pimenta

(continuação)

Amostra n.º	Determinações físico-químicas				Identificação microscópica	Identificação por Cromato- grafia em ca- mada delgada
	Substâncias vo- láteis a 105°C g/100 g (p/p)	Extrato alcoóli- co na substân- cia seca g/100 g (p/p)	Resíduo mineral fixo g/100 g (p/p)	Resíduo mineral fixo insolúvel em HCl (1+9) g/100 g (p/p)		
74	11,22	2,33	3,61	1,66	pimenta, mi- lho, matéria arenosa	pimenta
75	10,86	10,30	5,84	1,07	pimenta, ma- téria arenosa	pimenta
76	10,96	8,01	3,37	0,12	pimenta	pimenta
77	10,97	8,41	3,08	0,16	pimenta	pimenta
78	10,84	2,55	2,54	0,71	pimenta, milho	pimenta
79	10,99	9,70	3,91	0,20	pimenta	pimenta
80	12,45	5,42	3,23	0,42	pimenta, mi- lho, matéria arenosa	pimenta
81	11,95	7,31	3,30	0,14	pimenta, mi- lho, matéria arenosa	pimenta
82	11,09	8,55	3,45	0,17	pimenta	pimenta
83	12,29	3,95	3,89	0,47	pimenta, milho	pimenta
84	12,14	4,29	3,24	0,16	pimenta, ele- mentos his- tológicos do pedúnculo de pimenta do reino	pimenta
85	10,99	4,03	3,30	1,11	pimenta, milho	pimenta
86	10,98	2,48	3,03	4,81	pimenta, mandioca, substância amilífera alterada, matéria arenosa	pimenta
87	11,15	8,99	3,97	0,01	pimenta	pimenta
88	10,66	9,04	4,49	1,06	pimenta	pimenta
89	11,25	7,44	3,99	0,02	pimenta, milho	pimenta
90	9,42	7,06	6,00	2,62	pimenta, ele- mentos his- tológicos do pedúnculo	pimenta
91	10,88	2,17	3,65	5,54	pimenta, mi- lho, elemen- tos histológi- cos do pe- dúnculo, ma- téria arenosa	pimenta
92	10,73	4,68	5,82	3,07	pimenta, mi- lho, matéria arenosa	pimenta

(conclusão)

Amostra n.º	Determinações físico-químicas				Identificação microscópica	Identificação por Cromatografia em camada delgada
	Substâncias voláteis a 105°C g/100 g (p/p)	Extrato alcoólico na substância seca g/100 g (p/p)	Resíduo mineral fixo g/100 g (p/p)	Resíduo mineral fixo insolúvel em HCl (1+9) g/100 g (p/p)		
93	10,61	7,24	3,70	0,21	pimenta	pimenta
94	10,76	3,39	4,98	0,61	pimenta	pimenta
95	12,26	7,28	4,23	0,56	pimenta, matéria arenosa	pimenta
96	10,87	6,42	4,54	0,32	pimenta, milho	pimenta
97	11,55	5,90	4,75	0,50	pimenta, milho	pimenta
98	11,10	10,57	4,00	0,70	pimenta	pimenta
99	11,10	8,77	6,35	6,05	pimenta, matéria arenosa	pimenta
100	12,90	9,41	3,90	0,05	pimenta	pimenta
101	10,60	3,97	6,12	1,97	pimenta, milho, matéria arenosa	pimenta
102	11,56	7,05	1,55	0,72	pimenta	pimenta
103	10,64	8,26	3,85	0,40	pimenta	pimenta
104	10,54	10,94	1,00	0,06	pimenta	pimenta
105	11,70	7,81	6,90	0,40	pimenta, matéria arenosa	pimenta
106	10,97	8,10	3,47	0,00	pimenta	pimenta
107	9,22	10,61	4,25	0,07	pimenta	pimenta
108	12,02	8,86	3,47	0,05	pimenta	pimenta
109	11,40	8,96	12,10	3,95	pimenta, matéria arenosa	pimenta
110	11,39	9,04	3,65	0,45	pimenta	pimenta
111	10,43	4,83	9,33	5,52	pimenta, matéria arenosa, elementos histológicos do pedúnculo	pimenta
112	10,89	8,43	4,20	0,04	pimenta	pimenta
113	11,17	5,66	5,28	2,03	pimenta, milho, matéria arenosa	pimenta
114	10,46	8,56	3,62	0,52	pimenta	pimenta
115	12,43	7,35	4,45	0,18	pimenta	pimenta
116	10,97	8,53	3,98	0,00	pimenta	pimenta
117	10,73	7,39	3,45	0,37	pimenta	pimenta
118	10,73	8,41	5,76	0,70	pimenta	pimenta

\* As amostras de n.º 1 a 104 são de pimenta do reino moída adquirida em São Paulo, e as de n.º 105 a 118 são de pimenta do reino moída adquirida no Rio de Janeiro.

\*\* Os números em grifo pertencem a amostras cujas características físico-químicas e microscópicas estão em desacordo com o estabelecido pela legislação vigente.

TABELA 2

*Determinações físico-químicas, exame microscópico e cromatografia em camada delgada em amostras, preparadas nos laboratórios, de pimenta do reino moída, semente de mamão moída e mistura de pimenta do reino e semente de mamão moídas*

Amostras	Determinações Físico-químicas				Cromatografia em camada delgada mancha característica de:	Identificação microscópica de elementos histológicos de:
	Substâncias voláteis a 105°C g/100 g (p/p)	Extrato alcoólico na substância seca g/100 g (p/p)	Resíduo mineral fixo g/100 g (d/d)	Resíduo mineral fixo insolúvel em HCl (1+1) g/100 g (p/p)		
Pimenta do reino moída	10,49	7,15	3,3	0,21	pimenta do reino	pimenta do reino
Semente de mamão moída	17,36	14,03	6,18	0,51	semente de mamão	semente de mamão
Mistura de semente de mamão em pimenta do reino (1%)	11,61	7,78	3,06	0,28	pimenta do reino e semente de mamão *	pimenta do reino e semente de mamão
Mistura de semente de mamão em pimenta do reino (5%)	11,48	8,69	3,37	0,40	pimenta do reino e semente de mamão *	pimenta do reino e semente de mamão
Mistura de semente de mamão em pimenta do reino (10%)	11,36	9,77	3,55	0,32	pimenta do reino e semente de mamão *	pimenta do reino e semente de mamão

\* No cromatograma, as manchas características de semente de mamão foram encobertas pelas manchas de pimenta do reino.



TABELA 3

Média e dispersão de valores de extrato alcoólico encontrados em amostras de pimenta do reino preta, moída

	Amostras aprovadas	Amostras condenadas
$\bar{X}$ (média)	9,070	5,404
S (desvio padrão)	0,824	2,055

TABELA 4

Média e dispersão das demais determinações físico-químicas efetuadas em amostras de pimenta do reino preta, moída

Amostras	Substâncias voláteis a 105°C		Resíduo mineral fixo		Resíduo mineral fixo insolúvel em HCl (1+9)	
	g %		g %		g %	
	$\bar{X}$ (média)	S (d. padrão)	$\bar{X}$ (média)	S (d. padrão)	$\bar{X}$ (média)	S (d. padrão)
Aprovadas	11,269	0,810	3,980	1,911	0,679	1,691
Condenadas	11,131	0,762	5,243	2,509	1,801	2,283

### DISCUSSÃO

Observamos que, tanto nas amostras de pimenta do reino preta moída comercializadas em São Paulo, como nas do Rio de Janeiro, não foi detectada a adição de semente de mamão (tabela 1). Se essa fraude houvesse ocorrido, não se teria verificado variação no teor do extrato alcoólico, uma vez que a semente de mamão é também rica em óleo. Também, conforme o resultado da cromatografia em camada delgada, só seria possível a detecção desse tipo de fraude quando o adulterante em questão fosse adicionado em proporções superiores a 20%. Entretanto, ao exame microscópico, a adição de semente de mamão teria sido acusada até mesmo na proporção de 1%, o que foi constatado quando se analisaram as amostras padrões de laboratório (tabela 2). Quando o teor de extrato alcoólico era baixo, o exame microscópico revelava presença de elementos histológicos de milho, trigo, mandioca, pedúnculos de pimenta do reino e areia (tabela 1). Essas fraudes, embora mais grosseiras do que a fraude por adição, ao produto, de semente de mamão moída, são mais fáceis de praticar, e mais vantajosas comercialmente uma vez que, para

utilizar sementes de mamão, estas teriam que ser obtidas em grande quantidade, secas e moídas, para finalmente serem adicionadas à pimenta do reino.

Observamos também uma grande diferença entre os valores de extrato alcoólico das amostras condenadas e aprovadas. A maior dispersão ocorrida nas médias das amostras condenadas caracteriza bem algum tipo de fraude (tabela 3).

Do mesmo modo, o resíduo mineral fixo apresentou um valor maior nas amostras condenadas do que nas aprovadas, sendo a dispersão daquelas também maior. Esta maior dispersão não deveria ocorrer normalmente na pimenta do reino pura (tabela 4). O mesmo se observa no resíduo mineral fixo insolúvel em ácido clorídrico (1+9), conforme tabela 4. As substâncias voláteis, a 105°C, não demonstraram ter sido afetadas pela adulteração das amostras, pois seus valores de média e desvio padrão apresentaram-se muito próximos, com diferenças não significativas (tabela 4). A figura da página seguinte ilustra graficamente a diferença que existe entre as amostras aprovadas e condenadas.

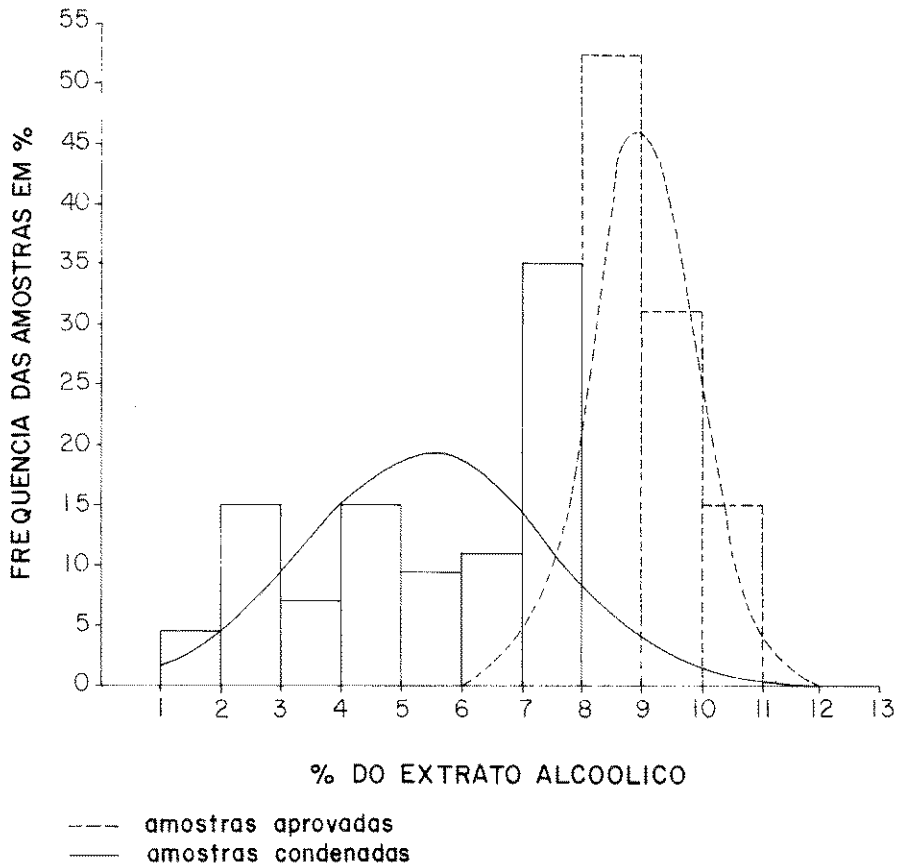


FIGURA — Distribuição das amostras analisadas. Gráfico comparativo.

### CONCLUSÃO

Análises físico-químicas, exame microscópico e cromatografia em camada delgada de amostras de pimenta do reino preta moída comercializadas em São Paulo e no Rio de Janeiro nos levaram às seguintes conclusões:

1. Não foi detectada a adição de sementes de mamão moídas à pimenta.

2. As principais fraudes da pimenta do reino moída são a adição de amidos ou farinha de milho, de trigo e de mandioca, de pedúnculos de pimenta do reino, e de areia, condenando 60% das amostras.

3. O exame microscópico é um método de maior sensibilidade do que a cromatografia em camada delgada na detecção de fraudes desta natureza.

4. Por ser o extrato alcoólico a determinação físico-química mais significativa na análise de pimenta do reino, o teor exigido pela legislação deve ser bem delimitado; de 118 amostras colhidas no comércio, 80 apresentaram teores de extrato alcoólico abaixo do limite exigido pela legislação em vigor; nas amostras de pimenta do reino preparadas no

laboratório, os resultados da determinação do extrato alcoólico se aproximaram da média dos obtidos com as pimentas do reino aprovadas; entretanto, somente 13 das amostras analisadas foram condenadas pelo resíduo mineral fixo, e 29, pelo resíduo mineral fixo insolúvel em HCl (1+9), embora fosse acusada a presença de matéria arenosa em quantidade razoável pelo exame microscópico; esta discrepância se deve ao fato de ser muito alto o teor de resíduo mineral fixo permitido pela legislação atual; o mesmo raciocínio se aplica ao resíduo mineral fixo insolúvel em HCl (1+9).

Sugerimos, portanto, que sejam reduzidos os limites permitidos<sup>1</sup> do resíduo mineral fixo de 7% para 4%, e do resíduo mineral fixo insolúvel em HCl (1+9), de 1,5% para 1%, dificultando assim a adulteração da pimenta do reino moída pela adição de areia.

### Agradecimentos

Agradecemos à Divisão de Alimentação Pública da Coordenadoria da Saúde da Comunidade, pelo fornecimento das amostras, e ao Dr. Carlos Eduardo Barros de Menezes, pela colaboração na parte estatística do presente trabalho.

RIALA6/560

SILVEIRA, N.V.V.; ZAMBONI, C.Q. & TAKAHASHI, M.Y. — Frauds in ground black pepper (*Piper nigrum*). *Rev. Inst. Adolfo Lutz* 43(1/2):69-79, 1983.

**ABSTRACT:** Examination for possible frauds was made in 118 commercial samples of ground black pepper (*Piper nigrum*) obtained in São Paulo and Rio de Janeiro, Brazil. The aim was to detect added ground papaya (*Carica papaya*) seeds. The samples were subjected to chemical analysis, microscopical examination and thin-layer chromatography. The presence of papaya seeds was not detected. However, microscopic examination showed that 60% of the samples were frauded since adulterants such as corn starch, wheat starch, cassava starch, wheat flour, cornmeal, cassava flour, pepper stems and sand were present. Thin-layer chromatography only detected papaya seeds when these exceeded 20% of the ground pepper, while the microscopical examination detected adulterants at a 1% concentration. It is suggested that the legislation might reduce the upper permitted limit for total ash from 7% to 4% and acid-insoluble ash from 1.5% to 1%. Alcoholic extracts were within the required levels in 67% of the samples examined.

**DESCRIPTORS:** black pepper (*Piper nigrum*), ground, analysis; black pepper (*Piper nigrum*), ground, frauds; papaya (*Carica papaya*), seeds, analysis.

#### REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. BRASIL. Leis, decretos, etc. — Resolução n.º 12/78 — *Diário Oficial*, Brasília, 24 jul. 1978. Seção 1, pt. 1, p. 11499. Resolução aprovada pela Comissão Nacional de Normas e Padrões para alimentos no mês de março de 1978.
2. BUENO, L.A. — A pimenta do reino e seu extrato alcoólico. *Rev. Inst. Adolfo Lutz*, 17:55-8, 1957.
3. LEES, R. — *Manual de analisis de alimentos*. Trad. Andres Marcos Barrado. Zaragoza, Acribia [1969]. p. 201-03.
4. MENEZES JR., J.B.F. — Investigações sobre o exame microscópico de algumas substâncias alimentícias. *Rev. Inst. Adolfo Lutz*, 9:18-77, 1949.
5. PARRY, J.W. — *Spices: their morphology, histology and chemistry*. New York, Chemical publ., 1962. p. 66-70.
6. PEARSON, D. — *Chemical analysis of foods*. 6th ed. London, J.A. Churchill, 1970. p. 310-13.
7. SÃO PAULO. Instituto Adolfo Lutz — *Normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz*. v. 1: *Métodos químicos e físicos para análise de alimentos*. 2.ª ed. São Paulo, 1976. p. 216 [tecn. 21.1].
8. SÃO PAULO. Instituto Adolfo Lutz — *Normas de qualidade para alimentos*. São Paulo, 1967. [OFSANPAN/IALUTZ A 314.23].
9. SÃO PAULO. Leis, decretos, etc. — Decreto n.º 12.486 de 20 de outubro de 1978. *Diário Oficial*, São Paulo, 21 out. 1978. p. 32-33 [NTA 70]. Aprova normas técnicas especiais relativas a alimentos e bebidas.
10. WINTON, A.L. & WINTON, K.B. — *The structure and composition of foods*. New York, John Wiley, 1939, v. 2, p. 787-790.
11. *Ibid.* v. 4, p. 319-27.

Recebido para publicação em 11 de maio de 1983.

