

COMPARAÇÃO ENTRE MÉTODOS DE EXTRAÇÃO DE SUJIDADES EM FARINHA DE ROSCA *

Claydes de Quadros ZAMBONI **
Regina Maria Morelli Silva RODRIGUES **

RIALA6/590

ZAMBONI, C.Q. & RODRIGUES, R.M.M.S. — Comparação entre métodos de extração de sujidades em farinha de rosca. *Rev. Inst. Adolfo Lutz*, 45(1/2):13-20, 1985.

RESUMO: Foram analisadas, através do exame microscópico, amostras de farinha de rosca, a fim de testar dois métodos de digestão e extração de sujidades: o método que utiliza a pancreatina e o que utiliza a solução de Tween-Versene. Concluiu-se que o método que utiliza a pancreatina é o mais sensível. A pesquisa de sujidades em 131 amostras do comércio, utilizando o método de digestão com pancreatina, levou à conclusão de que 69,4% das amostras estavam contaminadas com fragmentos de insetos e 19,8%, com pêlos de roedores, demonstrando que as condições de produção desse tipo de alimento são bastante precárias.

DESCRIPTORIOS: farinha de rosca, impurezas, análise microscópica.

INTRODUÇÃO

Sujidade é considerada qualquer substância estranha que possa contaminar um alimento. Esta substância pode ser de origem biológica, como insetos, fragmentos de insetos, produtos do metabolismo de insetos, ácaros, fragmentos de ácaros, produtos do metabolismo de ácaros, excrementos e pêlos de roedores, fragmentos podres ou qualquer outro tipo de material como areia, terra, vidro e metal.

A legislação brasileira exige ausência de sujidades em todo tipo de alimento^{5,6}. Entretanto, em nosso trabalho de pesquisa, temos observado a contaminação em vários tipos de alimento, entre eles em farinha de rosca, sendo, neste caso, constituída principalmente por fragmentos de insetos e pêlos de roedores.

Para a pesquisa de sujidades leves, como os fragmentos de insetos e pêlos de roedores, emprega-se o método de digestão com pancreatina, seguida da extração das sujidades, utilizando-se o frasco-armadilha de Wildman^{1,2}. A pancreatina é comumente usada em métodos microanalíticos para solubilizar o amido e a proteína existentes nos produtos alimentícios. O amido alterado, principal-

mente o alterado pelo calor, é quase que totalmente hidrolisado e pode ser filtrado em papel de filtro (filtração rápida). A proteína é digerida pela pancreatina, que afeta muito pouco a cutícula dos insetos⁶. Este método faz uso de uma enzima de preço elevado, a pancreatina; além disso, exige controle de temperatura e do pH e é demorado, o que dificulta a conclusão da análise.

Reverendo a literatura a respeito da recuperação de sujidades, encontramos o método do Tween-Versene^{2,4,7}, rápido e de fácil execução, descrito para extração de sujidades em farinha de centeio.

O papel do Versene (sal tetrassódico do ácido etilenodiaminotetracético) na presença do Tween-80 (monooleato de polioxietileno sorbitano) parece ser o de um depressor para componentes de produtos alimentícios que tendem a flutuar, possivelmente, hidrolisando e solubilizando as proteínas; é também um agente sequestrante e quelante de íons metálicos. Traços de Ca, Mg, Fe e outros íons metálicos são sequestrados por este composto quelante e transformados em complexos metálicos solúveis. Por sua propriedade de formar tais complexos, o Na₂EDTA, em conjunto com o Tween-80, um agente tensoativo, podem

* Realizado na Seção de Microscopia Alimentar do Instituto Adolfo Lutz, São Paulo, SP.

** Do Instituto Adolfo Lutz.

adsorver partículas na superfície do alimento, de modo a manter o agente extrator de sujidades (Varsol), livre dessas partículas.

O frasco-armadilha de Wildman é utilizado para a extração de sujidades leves. Utiliza um óleo mineral, como agente extrator, no qual flutuam fragmentos de insetos e pêlos de roedores por terem a propriedade de ser oleofílicos.

A finalidade deste trabalho é a de comparar os dois métodos de extração de sujidades em farinha de rosca e verificar qual o método mais adequado para análise desse tipo de alimento e, ao mesmo tempo, verificar as condições higiênicas das farinhas de rosca comercializadas na cidade de São Paulo.

MATERIAIS E MÉTODOS

Materiais

Foram preparadas 26 amostras-padrão de farinha de rosca, contaminadas no laboratório com 10 élitros de Coleóptero e 10 pêlos de rato.

Paralelamente, foram analisadas 131 amostras de farinha de rosca comercializadas na cidade de São Paulo, colhidas pela Divisão de Alimentação Pública da Coordenadoria de Saúde da Comunidade da Secretaria da Saúde, nos supermercados, mercearias e padarias.

Tanto as amostras-padrão, como as do comércio foram analisadas pelo método de digestão com pancreatina e de Tween-Versene, descritos no "Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists" e no "Approved Methods of American Association of Cereal Chemists"^{1, 2, 3, 4}.

Método de digestão com pancreatina

Reagentes

Água a 40°C

Na₃PO₄ a 5%

Solução de pancreatina

Formol

Varsol

Técnica — Pese 50 g de farinha de rosca em um béquer de 600 ml; adicione 50 ml de pancreatina diluída com 100 ml de água e misture bem, desmanchando os grumos. Dilua com água até um volume de 460 ml e ajuste o pH a 8, com solução de Na₃PO₄ a 5%. Reajuste o pH depois de 15 minutos e novamente depois de 45 minutos.

Adicione, agitando, 3 gotas de solução de formol e deixe digerir por 16 a 18 horas à temperatura ambiente ou menor que 40°C. Transfira a solução para o frasco de Wildman usando 30 ml de varsol. Agite vigorosamente a haste do frasco, fazendo movimentos ascen-

descentes e descendentes para misturar bem o Varsol, a água e a amostra. Faça fortes movimentos de rotação, até que o líquido se ponha a girar. Evite perda ou derrame da amostra. Complete o volume do frasco com água a 40°C e, durante 20 minutos, agite a camada inferior com intervalos de 3 a 6 minutos. Deixe a mistura em repouso por 10 minutos. Após este tempo, gire a rolha para remover o sedimento e sifone.

Transfira o líquido para um béquer, lavando o gargalo do frasco com varsol. Repita a extração usando 20 ml de varsol. Filtre o material extraído a vácuo, em um funil de Büchner com papel de filtro e examine-o no microscópio estereoscópico, e verifique se existem fragmentos de insetos e pêlos de roedores.

Método Tween-Versene

Reagentes

Etanol a 60%

Tween-80 alcoólico (Junte 210 ml de etanol a 60% e 40 ml de Tween-80, misture e filtre)

Versene (Dissolva 5 g de Na₂EDTA em 160 ml de água, junte 150 ml de etanol, misture e filtre)

Técnica — Pese 50 g de farinha de rosca e coloque no frasco-armadilha de 2 litros. Junte 300 ml de etanol a 60% e misture. Sem interrupção, junte 250 ml de Tween-80 alcoólico, 250 ml de Versene e 70 ml de Varsol. Misture e complete o volume do frasco com etanol a 60%.

Agite a haste ocasionalmente durante os 20 minutos seguintes. Decorrido este tempo, gire a rolha para remover fragmentos que tenham ficado na superfície, sem perturbar o material restante no fundo do frasco.

Deixe em repouso pelo período de uma hora. Durante este tempo a haste deve ficar acima do depósito de farinha (pode ser presa a um suporte) a fim de não ficar muito material aderindo à rolha de borracha. Sifone, sem agitar, separando as camadas; lave o gargalo do frasco com álcool a 60% e filtre. Repita a extração usando 40 ml de Varsol, deixe em repouso por uma hora e meia. Filtre o material extraído, a vácuo, em funil de Büchner com papel de filtro, e examine-o no microscópio estereoscópico.

RESULTADOS

Os resultados obtidos na análise de comparação entre os métodos de extração de sujidades em farinha de rosca encontram-se relacionados nas tabelas 1, 2, 3, 4 e 5, apresentadas a seguir.

TABELA 1

Recuperação de sujidades em amostras padrão de farinha de rosca contaminadas no laboratório com 10 élitros e 10 pêlos de rato

| Amostra n.º | Método da Pancreatina | | Método do Tween-Versene | |
|----------------|-----------------------|--------------|-------------------------|--------------|
| | N.º de élitros | N.º de pêlos | N.º de élitros | N.º de pêlos |
| 1 | 10 | 3 | 8 | 3 |
| 2 | 10 | 3 | 2 | 4 |
| 3 | 10 | 4 | 2 | 6 |
| 4 | 10 | 7 | 4 | 4 |
| 5 | 9 | 8 | 2 | 4 |
| 6 | 4 | 6 | 2 | 3 |
| 7 | 10 | 7 | 2 | 6 |
| 8 | 9 | 6 | 2 | 1 |
| 9 | 10 | 10 | 8 | 4 |
| 10 | 10 | 7 | 2 | 2 |
| 11 | 10 | 6 | 2 | 2 |
| 12 | 9 | 10 | 2 | 2 |
| 13 | 10 | 7 | 1 | 4 |
| 14 | 7 | 8 | 3 | 4 |
| 15 | 6 | 6 | 2 | 1 |
| 16 | 10 | 10 | 2 | 0 |
| 17 | 10 | 9 | 3 | 4 |
| 18 | 10 | 8 | 2 | 0 |
| 19 | 6 | 3 | 1 | 1 |
| 20 | 10 | 8 | 8 | 6 |

TABELA 2

Comparação entre os dois métodos de extração de sujidades, nas amostras padrão, em percentagem de recuperação

| Contaminação | Método da Pancreatina | Método do Tween-Versene |
|--------------|----------------------------|----------------------------|
| | Percentagem de recuperação | Percentagem de recuperação |
| Élitro | 90 | 30 |
| Pêlo de rato | 68 | 30,5 |

TABELA 3

Sujidades em amostras de farinha de rosca colhidas no comércio da cidade de São Paulo

| Amostra n.º | Método da Pancreatina | | Método do Tween-Versene | |
|----------------|--------------------------|----------------------|--------------------------|----------------------|
| | Fragmentos de insetos | Pêlos de roedores | Fragmentos de insetos | roedores Pêlos de |
| 1 | 2 | 0 | 0 | 3 |
| 2 | 1 | 0 | 1 | 0 |
| 3 | 2 | 3 | 3 | 4 |
| 4 | 1 | 0 | 2 | 0 |
| 5 | 1 | 1 | 3 | 0 |
| 6 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 7 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 8 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 9 | 0 | 1 | 1 | 0 |
| 10 | 0 | 2 | 1 | 0 |
| 11 | 2 | 0 | 0 | 0 |
| 12 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 13 | 0 | 0 | 2 | 0 |
| 14 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 15 | 3 | 0 | 0 | 0 |
| 16 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 17 | 5 | 1 | 3 | 2 |
| 18 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 19 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 20 | 1 | 4 | 0 | 1 |
| 21 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 22 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 23 | 1 | 0 | 0 | 0 |
| 24 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 25 | 3 | 0 | 9 | 0 |
| 26 | 6 | 0 | 5 | 0 |
| 27 | 0 | 0 | 1 | 0 |
| 28 | 7 | 0 | 3 | 0 |
| 29 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 30 | 1 | 0 | 0 | 0 |
| 31 | 8 | 5 | 9 | 12 |
| 32 | 4 | 1 | 5 | 0 |
| 33 | 2 | 0 | 0 | 0 |
| 34 | 2 | 1 | 3 | 2 |
| 35 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 36 | 56 | 3 | 9 | 0 |
| 37 | 14 | 5 | 6 | 5 |
| 38 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 39 | 2 | 0 | 0 | 0 |
| 40 | 15 | 5 | 4 | 0 |
| 41 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 42 | 4 | 1 | 2 | 1 |
| 43 | 4 | 0 | 5 | 1 |
| 44 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 45 | 0 | 0 | 1 | 1 |
| 46 | 4 | 0 | 0 | 0 |
| 47 | 13 | 3 | 0 | 0 |

TABELA 4

Comparação entre os métodos da Pancreatina e do Tween-Versene em percentagem de amostras condenadas

| Amostras | Método da Pancreatina | | | | Método do Tween-Versene | | | |
|------------|-----------------------|------|-------------------|------|-------------------------|------|-------------------|------|
| | Amostras contendo | | | | Amostras contendo | | | |
| | Fragmentos de insetos | | Pêlos de roedores | | Fragmentos de insetos | | Pêlos de roedores | |
| | n.º | % | n.º | % | n.º | % | n.º | % |
| Condenadas | 26 | 55,3 | 14 | 29,7 | 21 | 44,6 | 10 | 21,2 |
| Aprovadas | 21 | 44,7 | 33 | 70,3 | 26 | 55,4 | 37 | 78,8 |
| Total | 47 | — | 47 | — | 47 | — | 47 | — |

TABELA 5

Sujidades em farinhas de rosca, colhidas no comércio da cidade de São Paulo, extraídas pelo método de digestão com pancreatina

(*Continua*)

| Amostras n.º | Fragmentos de insetos | Pêlos de roedores |
|--------------|-----------------------|-------------------|
| 1 | 4 | 0 |
| 2 | 3 | 0 |
| 3 | 7 | 0 |
| 4 | 18 | 0 |
| 5 | 35 | 0 |
| 6 | 0 | 0 |
| 7 | 0 | 0 |
| 8 | 0 | 0 |
| 9 | 7 | 0 |
| 10 | 1 | 0 |
| 11 | 5 | 0 |
| 12 | 2 | 0 |
| 13 | 0 | 0 |
| 14 | 8 | 1 |
| 15 | 2 | 0 |
| 16 | 4 | 2 |
| 17 | 10 | 0 |
| 18 | 4 | 0 |
| 19 | 9 | 0 |
| 20 | 46 | 0 |
| 21 | 2 | 0 |
| 22 | 11 | 0 |
| 23 | 2 | 0 |
| 24 | 20 | 0 |
| 25 | 7 | 0 |
| 26 | 0 | 0 |
| 27 | 10 | 0 |
| 28 | 4 | 0 |
| 29 | 10 | 0 |
| 30 | 2 | 0 |
| 31 | 1 | 0 |
| 32 | 0 | 0 |
| 33 | 11 | 2 |
| 34 | 3 | 3 |

(conclusão)

| Amostra n.º | Fragmentos de insetos | Pêlos de roedores |
|----------------|--------------------------|----------------------|
| 35 | 2 | 1 |
| 36 | 1 | 4 |
| 37 | 0 | 0 |
| 38 | 6 | 0 |
| 39 | 2 | 0 |
| 40 | 3 | 0 |
| 41 | 4 | 0 |
| 42 | 4 | 2 |
| 43 | 2 | 0 |
| 44 | 2 | 0 |
| 45 | 6 | 2 |
| 46 | 1 | 0 |
| 47 | 4 | 0 |
| 48 | 1 | 0 |
| 49 | 1 | 0 |
| 50 | 0 | 0 |
| 51 | 1 | 0 |
| 52 | 1 | 0 |
| 53 | 25 | 0 |
| 54 | 2 | 0 |
| 55 | 3 | 0 |
| 56 | 1 | 0 |
| 57 | 0 | 0 |
| 58 | 4 | 0 |
| 59 | 0 | 0 |
| 60 | 2 | 0 |
| 61 | 2 | 0 |
| 62 | 0 | 0 |
| 63 | 4 | 0 |
| 64 | 1 | 3 |
| 65 | 0 | 0 |
| 66 | 0 | 0 |
| 67 | 0 | 0 |
| 68 | 3 | 0 |
| 69 | 0 | 0 |
| 70 | 29 | 1 |
| 71 | 4 | 0 |
| 72 | 57 | 0 |
| 73 | 18 | 0 |
| 74 | 1 | 2 |
| 75 | 0 | 0 |
| 76 | 2 | 0 |
| 77 | 1 | 0 |
| 78 | 5 | 0 |
| 79 | 0 | 0 |
| 80 | 0 | 0 |
| 81 | 1 | 0 |
| 82 | 0 | 0 |
| 83 | 10 | 0 |
| 84 | 13 | 3 |

DISCUSSÃO

Verificando os resultados das tabelas 1, 2, 3 e 4 podemos observar que o método da pancreatina, embora apresentando os inconvenientes apontados na introdução, mostrou maior sensibilidade do que o de Tween-Versene, quando empregados em amostras-padrão de farinhas de rosca preparadas no laboratório e nas amostras colhidas no comércio.

Dando continuidade à pesquisa de sujidades em amostras de farinha de rosca colhidas no comércio, desta vez utilizando unicamente o método da digestão com pancreatina, observamos que, em 84 amostras, 77,1% estavam contaminadas com fragmentos de insetos e 14,4% com pêlos de roedores (tab. 5).

No total das 131 amostras colhidas no comércio, 69,4% estavam contaminadas com fragmentos de insetos e 19,8% estavam contaminadas com pêlos de roedores.

Esse resultado já era esperado, devido as condições de preparo da farinha de rosca.

As sobras de pão vão sendo armazenadas nas padarias, para serem transformadas em farinha; as condições de armazenamento, de um modo geral, são insatisfatórias, ocor-

rendo então a contaminação da matéria-prima, fato que é acusado na análise do produto.

A farinha de rosca que contém pêlos de roedores é imprópria para o consumo, pois os pêlos são um indicio de que a matéria-prima foi contaminada com excrementos de roedores, que são, por sua vez, fontes potenciais de patógenos.

CONCLUSÃO

Pesquisando sujidades em farinhas de rosca, empregando-se dois métodos de digestão, o da pancreatina e do Tween-Versene, concluiu-se que o método da pancreatina é o mais sensível.

Das 131 amostras de farinhas de rosca comercializadas na cidade de São Paulo, verificou-se que 69,4% estavam contaminadas com fragmentos de insetos, em condições higiênicas insatisfatórias e 19,8% estavam contaminadas com pêlos de roedores, sendo impróprias para o consumo. Este fato leva-nos a concluir que as condições desse tipo de alimento são bastante precárias, sendo necessário, portanto, manter rigoroso e assíduo controle neste tipo de produto.

RIALA6/590

ZAMBONI, C.Q. & RODRIGUES, R.M.M.S. — A comparison of methods for detection of filth in surplus-bread flour. *Rev. Inst. Adolfo Lutz*, 45(1/2): 13-20, 1985.

ABSTRACT: Filth was detected in 131 samples of surplus-bread flour sold in the city of São Paulo. Two methods for extraction of light filth: pancreatin and Tween-Versene methods were employed. The pancreatin method seemed to be more sensitive. It was found that 69.4% of the samples were contaminated with insect fragments and 19.8% with rodent hairs. The samples contaminated with insect fragments and rodent hairs are obviously improper for human consumption. The source of rodent hairs was apparently rodent feces which are potential transmitters of infections.

DESCRIPTORS: surplus-bread flour, filth, microscopical analysis.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. AMERICAN ASSOCIATION OF CEREAL CHEMISTS — *Approved methods of the American Association of Cereal Chemists*. 8th ed. St. Paul, Minnesota, AACC, 1983. v. 1 (AACC method 28-31).
2. Ibid. (AACC method 28-60).
3. ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS — *Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists*. 12th ed. Washington, AOAC, 1975. p. 818. (Seccion 18.652).
4. ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS — *Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists* 13th ed. Washington, DC, AOAC, 1980. p. 793. (Seccion 44.055).
5. BRASIL, Leis, decretos etc. — Resolução n.º 12/78 da Comissão Nacional de Normas e Padrões para Alimentos. *Diário Oficial*, Brasília, 24 jul. 1978. Seção I, pt. I, p. 11613-4. Aprova as Normas Técnicas Especiais do Estado de São Paulo, revistas pela CNNPA, relativas a alimentos (e bebidas)...

ZAMBONI, C.Q. & RODRIGUES, R.M.M.S. — Comparação entre métodos de extração de sujidades em farinha de rosca. *Rev. Inst. Adolfo Lutz*, 45(1/2):13-20, 1985.

6. FOOD AND DRUG ADMINISTRATION — *Training manual for analytical entomology in the food industry*, edited by J.R. Gorham. Washington, DC, FDA, 1977. p. 78-84 (FDA tech. bull. n.º 2)
7. NICHOLSON, J.F. — Report on extraneous materials in cereal grains, cereal products, and confectionery. *J. Assoc. off. anal. Chem.*, 38:264-66, 1955.
8. SÃO PAULO. Leis, decretos etc. — Decreto n.º 12.486, de 20 de outubro de 1978. *Diário Oficial*, São Paulo, 21 out. 1978. p. 23 (NTA 47). Aprova Normas Técnicas Especiais Relativas a Alimentos e Bebidas...

Recebido para publicação em 5 de junho de 1984.