

PREPARAÇÃO DE LOTE PADRÃO DE MILHO E SOJA NAS FAIXAS DE UMIDADE DE 10-14% (B.U) SEGUINDO AS NORMAS ISO 30, 35 E 43 VISANDO ESTUDOS INTERLABORATORIAIS E PREPARAÇÃO DE CANDIDATOS A MATERIAIS DE REFERÊNCIA

THALITA C. M. CERVEZAN ², HECTOR A. PALÁCIOS-CABRERA ¹

Nº 0901028

RESUMO

O estudo visa obter amostras de milho e soja homogêneas, estáveis e posteriormente condicionadas na faixa de umidade de 10-14%. As metodologias empregadas para a obtenção de candidatos a material de referencia (padrão de grãos de milho e soja com distintos teores de umidade (10-14%) estão baseadas nas experiências rotineiras de secagem com secador rotativo; modificação da metodologia de Gough (1975) e procedimentos das Normas ISO 31 e 35, principalmente no referente a avaliação da homogeneidade e estabilidade dos lotes obtidos (ISO 2000; ISO 1989). A sinergia controlada destes procedimentos visaram a obtenção de amostras homogêneas e estáveis. Os parâmetros de estabilidade e homogeneidade foram avaliados pela ANOVA. A estabilidade foi avaliada em um período de 4 meses para os grãos de milho e soja. A embalagem utilizada para condicionamento das amostras nos ensaios de homogeneidade e estabilidade foi um recipiente de polietileno de alta densidade (PEAD). Foi feita a comparação de métodos para determinação de umidade de soja e milho (método da estufa do Ministério de Agricultura (MA) versus método de capacitância). Foram obtidas amostras homogêneas e estáveis com relação ao teor de umidade para todos os lotes obtidos de soja e milho. Não houve diferenças significativas nas faixas de 10, 12, 13 e 14% de umidade nos grãos de milho quando comparados o método de capacitância e MA, nos grãos de soja só na faixa de 10% não houve diferenças (Dunnet, alfa de 0,05).

Palavras-chave: milho, soja, grãos, umidade, material de referencia.

1. Orientador: Pesquisador, MICROBIOLOGIA CCQA/ITAL, Campinas-SP, ✉ Hector@ital.org.com

2. Bolsista CNPq: Graduação em Tecnologia em Processos Químicos, UNIARARAS, Araras - SP.

ABSTRACT:

The study it aims at to get samples of homogeneous, steady and later conditional maize and soy in the band of humidity of 10-14%. The methodologies used for the attainment of candidates the reference material (standard of maize grains and soy with distinct texts of humidity (10-14%) are based on the routine experiences of drying with rotating drier; modification of the methodology of Gough(1975) and procedures of Norms ISO 31 and 35, mainly in the referring a evaluation of the homogeneity and stability of gotten lots (ISO 2000; ISO 1989). The controlled synergy of these procedures had aimed at the attainment of homogeneous and steady samples. The parameters of stability and homogeneity had been evaluated by the ANOVA. The stability was evaluated in a period of 4 months for the grains of maize and soy. The packing used for conditioning of the samples in the assays of homogeneity and stability was a polyethylene container of high density (PEAD). It was made the comparison of methods for determination of soy humidity and maize (method of the greenhouse of the Ministry of Agriculture versus capacitance method). The gotten lots of soy and maize had been gotten homogeneous and steady samples with regard to the text of humidity for all. There were not significance difference in 10, 12, 13, 14% moisture interval of corn grains when were comparing with capacitance and oven methods, in relation soy, only in 10% there was not difference (Dunnet alpha 0.05%)

Keywords: maize, soy, grains, moisture content, reference material

INTRODUÇÃO

Sementes e grãos armazenados com elevado grau de umidade estão sujeitas a uma série de fenômenos desfavoráveis. Grãos muito secos podem ocasionar perdas (de massa) durante o beneficiamento do produto, grãos muito úmidos podem reduzir o shelf-life do produto (PALÁCIOS-CABRERA et al., 2004 a,b; PALÁCIOS-CABRERA, 2005; Silva, 2001). Materiais de referência são substâncias que têm um ou mais valores de propriedades suficientemente homogêneos e bem estabelecidos para serem usados na calibração de um aparelho, na avaliação de um método de medição ou atribuição a valores ou materiais, e os materiais de referência certificados, são materiais de referência com valores certificados para uma ou mais propriedade de interesse (ABNT, 2001).

A intensidade e diversidade da microbiota, assim como a subsequente produção de toxinas também pode ser influenciada pelo alto teor de umidade durante as etapas de colheita, preparo, transporte e armazenamento.

MATERIAL E MÉTODOS

O lote de grãos de milho foi colocado em uma estufa de 30°C por 11 meses e separado em embalagens e condições diferentes (com vácuo e sem vácuo em embalagens de polipropileno (PP) e de polietileno de alta densidade (PEAD), a escolha foi aleatória pela disponibilidade do material e não foi o principal objetivo deste estudo avaliar a performance da embalagem; o lote de grãos de soja foi armazenado em saco de rafia por 11 meses dentro de um contêiner). A homogeneidade e estabilidade do lote matriz foram avaliadas segundo a ANOVA. Foi escolhido o p-valor como parâmetro para avaliação da homogeneidade do teor de umidade. Cabe ressaltar que o lote é considerado homogêneo, quando o F calculado é menor que o F crítico o tabelado ($F_{cal.} < F_{tab.}$). A umidade do lote matriz obtido de milho e soja foi de aproximadamente 10% (b.u).

Do lote matriz ($\pm 10\%$) foram separados 4 lotes de 600g de milho e 4 lotes de 400g de soja e as amostras foram condicionadas segundo a metodologia de Gough (1975) na faixa de umidade de: a) 11%; b) 12%; c) 13% e d) 14%. Numa segunda etapa do estudo foi determinada a homogeneidade da soja e milho nos teores de 10-14%. Os teores de umidade de 11-14% foram obtidos a partir do lote de 10% respectivo de cada grão. A estabilidade do lote matriz respectivo de milho e soja, foi avaliada num período de 4 meses. A determinação de umidade e comparação de metodologias foi feito pelo (método da estufa do Ministério da Agricultura do Brasil 1992 vs Capacitância)

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Na tabela 1 está descrito de forma prática o performance da homogeneidade durante o condicionamento dos grãos de milho. O p-valor foi diferente em todas as condições de estudo (ver tabela 1).

TABELA 1. Comparação das embalagens e tratamentos (Diferença das médias de percentual de umidade e p-valor) do condicionamento de grãos de milho.

Tratamentos/Embalagens	SV- PP	CV- PP	SV- PEAD	CV- PEAD
Diferença das Médias (*)	1,29304	2,162339	0,447303	0,728012
Valor-P (**)	0,161543	0,238051	0,688464	1,71E-05

* Subtração entre o valor maior e menor das médias. ** P- Valor calculado na ANOVA; SV-PP embalagem de polipropileno sem tratamento de vácuo; CV-PP embalagem de polipropileno com tratamento de vácuo; SV-PEAD embalagem de polietileno de alta densidade sem tratamento de vácuo; SV-PEAD embalagem de polietileno de alta densidade com tratamento de vácuo.

A diferença das médias obtidas do teor de umidade também se correlaciona com o p-valor, a menor diferença das medias se correlaciona com o maior p-valor, ou que se traduz numa melhor performance de homogeneidade. Na tabela 2 são apresentados os resultados de homogeneidade obtidos na segunda etapa deste estudo.

TABELA 2. Homogeneidade dos Grãos de Milho e Soja. Parâmetros de ANOVA (F calculado, F Tabelado e P-valor.

Grãos/Teor de Umidade	<i>F</i> Cal.	<i>F</i> crítico	<i>Valor-P</i>
Milho 10% (PEAD)*	0,329522	5,143253	0,731506
Milho 11%	1,400886	5,143253	0,31677
Milho 12%	0,335361	5,143253	0,727671
Milho 13%	0,015358	5,143253	0,984797
Milho 14%	13,79975	5,143253	0,005694
Soja 10% (Ráfia)**	36,05848	5,143253	0,000453
Soja 11%	0,269856	5,143253	0,772285
Soja 12%	0,108101	5,143253	0,899245
Soja 13%	0,758432	5,143253	0,508562
Soja 14%	14,04099	5,143253	0,005456

* Grãos de milho condicionados em polietileno de alta densidade, ** grãos de soja condicionados em saca de ráfia.

A homogeneidade do lote matriz de soja (10%) não é atingida, o lote matriz de milho mantém a homogeneidade, De ambas matrizes foram obtidos os lotes de 11-14% respectivos seguindo a metodologia de Gough 1975. É interessante ressaltar que os lotes de 11-13% de ambos grãos atingiram uma homogeneidade dentro dos padrões pré-estabelecidos na ISO 35, o lote de milho de 13% atinge uma homogeneidade quase á perfeição com um p-valor de 0,98. Os lotes de 14% de ambos grãos não atingem a homogeneidade. Aparentemente é possível a obtenção de lotes de grãos de

milho e soja com características homogêneas no teor de umidade nas faixas de 10-13%. A partir de 14%, acreditamos que teríamos que ter condições de ambiente (temperatura e umidade relativa) mais controladas. Nesta etapa vale ressaltar principalmente nas faixas de 10-13% que a obtenção de lotes homogêneos condicionados por metodologias de adição de água (Gough 1975), pode ser uma opção interessante pela questão de tempo. Na tabela 3 são apresentados os resultados da estabilidade dos lotes matrizes de milho e soja. O ensaio de estabilidade teve durabilidade de quatro meses.

Tabela 3- ANOVA da estabilidade do teor de umidade de 10% dos grãos de milho e soja

Grãos/Teor de Umidade	F calculado	F crítico
Soja (10%)	5,787665	4,066181
Milho (10%)	0,690522	4,066181

Como esperado o lote de soja não atingiu a estabilidade, o F calculado > que o F crítico, já o lote do milho teve uma boa estabilidade após 4 meses ter atingido a homogeneidade. A estabilidade só foi realizada no lote de 10%; nos lotes obtidos na faixa de 11-14% não foi avaliada a estabilidade. Na tabela 4 são apresentadas às comparações entre as metodologias de estufa do Ministério de Agricultura e a metodologia de capacitância na determinação de umidade de milho. Foi utilizado Dunnet para comparar estatisticamente as metodologias.

Tabela 4 - Teores de umidade (% b.u.) de grãos de milho, comparando a metodologia de estufa do Ministério de agricultura com a metodologia de Capacitância

Metodologias	Teor de umidade (% b.u.)				
Eletrônico:	9,88 ± 0,81 A	11,38 ± 0,39 B	12,63 ± 0,15 A	13,58 ± 0,13 A	14,57 ± 0,19 A
Capacitância					
Estufa: Ministério de Agricultura	10,29 ± 0,12 A	11,92 ± 0,16 A	12,50 ± 0,06 A	13,56 ± 0,33 A	14,53 ± 0,21 A
d.m.s nível 5%	0,748	0,381	0,148	0,324	0,256

d.m.s- diferença mínima significativa do teste de Dunnet ao nível de erro de 5% de probabilidade. As amostras (média ± desvio padrão) seguidas de mesmas letras maiúsculas na coluna não diferem ao nível de 5 %.

Os resultados da tabela 4 apresentam que a determinação de umidade dos grãos de milho com metodologias de estufa ou capacitância não tem diferença significativa nas faixas de 10, 12, 13 e 14%.

CONCLUSÃO

Lotes de milho com características de homogeneidade nas faixas de teor de umidade de 10-13% são passíveis a serem obtidas, a partir de 14% acreditamos seja necessário investir em salas com umidade controlada. Lotes de soja com características de homogeneidade não foram obtidas nas condições de armazenamento rotineiro em sacas de rafia. A estabilidade do teor de umidade condicionado em PEAD (polietileno de alta densidade) é possível ser atingida com relação aos grãos de milho. A estabilidade da soja não foi atingida pois o ponto de partida inicial não foi homogêneo. A preparação de lotes de milho com teor de umidade definido foi muito útil para avaliar a diferença de metodologias de rotina utilizadas no âmbito brasileiro.

REFERÊNCIAS

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – NBR/ISO GUIA 30: Temos e Definições Relacionados com Materiais de Referência, Rio de Janeiro, 2001.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION – ISO Guide 35: Certification of reference materials – General and Statistical Principles, Switzerland, 1989.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION – ISO Guide 31: Reference materials – Contents of certificates and labels, Switzerland, 2000.

GOUGH, M.C. A simple technique for the determination of humidity equilibria in particulate foods. Journal of Stored Products. Research. Slough, v. 11, p. 161-166, 1975.

MINISTÉRIO DE AGRICULTURA E REFORMA AGRÁRIA: Regras para análise de sementes Coordenação de Laboratório Vegetal, Brasília, 1992, 365p