



UNIVERSIDADE DO ALGARVE  
Instituto Superior de Engenharia

*Avaliação da espectroscopia de infravermelho para  
determinação de características físico-químicas da carne suína*

**Juliana Monteiro Balage**

**Dissertação para obtenção do grau de Mestre em Tecnologia de  
Alimentos**

Trabalho efetuado sob a orientação de:

**Prof. Dr. Saulo da Luz e Silva**  
(Universidade de São Paulo)

**Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Ana Cristina O. L. Figueira**  
(Universidade do Algarve)

**Faro  
2013**





UNIVERSIDADE DO ALGARVE  
Instituto Superior de Engenharia

*Avaliação da espectroscopia de infravermelho para  
determinação de características físico-químicas da carne suína*

**Juliana Monteiro Balage**

**Dissertação para obtenção do grau de Mestre em Tecnologia de  
Alimentos**

Dissertação orientada por:

**Prof. Dr. Saulo da Luz e Silva**  
(Universidade de São Paulo)

**Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Ana Cristina O. L. Figueira**  
(Universidade do Algarve)

**Faro  
2013**





UNIVERSIDADE DO ALGARVE  
Instituto Superior de Engenharia

*Avaliação da espectroscopia de infravermelho para  
determinação de características físico-químicas da carne suína*

**Declaração de autoria de trabalho**

Declaro ser a autora deste trabalho, que é original e inédito. Autores e trabalhos consultados estão devidamente citados no texto e constam da listagem de referências incluída.

---

Juliana Monteiro Balage

**Copyright by Juliana Monteiro Balage. Universidade do Algarve. Instituto Superior de Engenharia.**

A Universidade do Algarve tem o direito, perpétuo e sem limites geográficos, de arquivar e publicitar este trabalho através de exemplares impressos reproduzidos em papel ou de forma digital, ou por qualquer outro meio conhecido ou que venha a ser inventado, de o divulgar através de repositórios científicos e de admitir a sua cópia e distribuição com objetivos educacionais ou de investigação, não comerciais, desde que seja dado crédito ao autor e editor.

**Faro  
2013**



Ao meu esposo Pedro por todo amor, incentivo, apoio e compreensão durante a realização desse trabalho. Sem seu amor não seria possível.



## **Agradecimentos**

Agradeço primeiramente a Deus pela força e coragem concedida para realização desse trabalho.

Ao meu esposo pelo amor, carinho e compreensão nos momentos de ausência.

Aos meus orientadores Prof. Dr. Saulo da Luz e Silva e Prof<sup>ª</sup>. Dr<sup>ª</sup>. Ana Cristina O. L. Figueira pela oportunidade, orientação e apoio em todos os momentos.

À Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos FZEA/USP por me receber de braços abertos e permitir a realização desse trabalho.

A todos os funcionários do Gabinete de Relações Internacionais e Mobilidade da UAlg pelo auxílio no processo da concessão da bolsa de mobilidade Luso-Brasileira Santander Universidades, meu muito obrigada.

A minha família pelo suporte, amor e incentivo incondicionais.

A todos os amigos que ajudaram direta ou indiretamente nas etapas do projeto.

A todos os estagiários. Sem vocês seria impossível concluir a tempo.

“A capacidade pouco vale sem oportunidade”

Napoleão Bonaparte

“Talvez não tenha conseguido fazer o melhor, mas lutei para que o melhor fosse feito.  
Não sou o que deveria ser, mas graças a Deus, não sou o que era antes”.

Marthin Luther King



“A tarefa não é tanto ver aquilo que ninguém viu, mas pensar o que ninguém ainda pensou sobre aquilo que todo mundo vê”.

Arthur Shopenhauer



## Resumo

Balage, J. M. (2013). *Avaliação da espectroscopia de infravermelho para determinação de características físico-químicas da carne suína*. Dissertação de Mestrado em Tecnologia de Alimentos. Universidade do Algarve. Faro, Portugal.

Atualmente a indústria da carne necessita de métodos de controle de qualidade de matéria-prima e processos que sejam rápidos, acurados e não destrutivos, seja para atender suas próprias necessidades mercadológicas, seja para atender as necessidades do consumidor que é cada vez mais exigente. Pesquisas publicadas na última década mostram que a espectroscopia no visível e infravermelho próximo (Vis/NIRS) apresenta grande potencial para realizar análises quantitativas e qualitativas em carnes e produtos cárneos, com modelos de predição que apresentam boa acurácia. O presente trabalho foi desenvolvido com o objetivo de responder às seguintes questões: a Vis/NIRS é capaz de prever o pH, a cor Hunter ( $L^*$ ,  $a^*$ , e  $b^*$ ), a força de cisalhamento e a perda por cocção na carne suína? A Vis/NIRS é capaz de prever a umidade, a proteína bruta, a matéria mineral e a gordura (extrato etéreo) na carne suína? Os resultados encontrados sugerem que a Vis/NIRS possui baixa capacidade preditiva para pH ao final de 2 horas, força de cisalhamento e perdas por cocção. Possui moderada a boa capacidade preditiva para os valores de  $L^*$ ,  $a^*$  e  $b^*$  e pH ao final de 24 horas, mas seu grande potencial está na capacidade de classificar corretamente o lombo suíno em classes de maciez. Para prever umidade, proteína bruta, matéria mineral e gordura intramuscular, os modelos de predição desenvolvidos apresentaram baixa capacidade preditiva.

**Palavras-chave:** Maciez, gordura intramuscular, qualidade de carne, análise qualitativa, análise quantitativa.



## Abstract

Balage, J. M. (2013). *Evaluation of near infrared spectroscopy to determine pork physico-chemical characteristics*. Master in Food Technology. Universidade do Algarve. Faro, Portugal.

Currently the meat industry requires fast, accurate and non-destructive methods for quality control of raw materials and processes, either to meet their own market needs, or to meet the consumers', who are increasingly demanding. Literature published during the last decade shows that Vis/NIRS has great potential to perform quantitative and qualitative analyzes in meat and meat products and its models do have a good prediction accuracy. This work aims to answer the following questions: Is Vis/NIRS able to predict pH, color Hunter ( $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$ ), shear force and cooking loss in pork? Is Vis/NIRS able to predict moisture, crude protein, fat (lipids) and mineral matter in pork? The results suggest that Vis/NIRS has low predictive ability for pH after 2 hours, shear force and cooking loss. It has a moderate to good predictive ability for  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$  values and pH after 24 hours, but its great potential is the ability to correctly classify the pork loin according to tenderness. To predict moisture, crude protein, mineral matter and intramuscular fat the prediction models developed showed a low accuracy for all traits.

**Keywords:** Tenderness, intramuscular fat, meat quality, qualitative analysis, quantitative analysis.



# Índice

## Capítulo 1

Considerações gerais .....	23
1.1 Objetivo geral .....	26
1.1.1 Objetivo específico .....	26

## Capítulo 2

Revisão bibliográfica.....	27
2.1 Princípios básicos .....	27
2.2 Avaliação da qualidade da carne utilizando NIRS .....	31
2.3 Aplicações da NIRS na composição química da carne .....	35
2.4 Aplicações da NIRS para avaliação de características tecnológicas da carne... 36	

## Capítulo 3

Uso da espectroscopia Vis/NIR para prever a composição química do músculo <i>Longissimus dorsi</i> de suínos .....	39
3.1 Introdução.....	39
3.2 Material e métodos .....	40
3.2.1 Amostragem e preparação da amostra .....	41
3.2.2 Análise da composição centesimal .....	41
3.2.3 Espectroscopia na região do visível e infravermelho próximo (Vis/NIRS) .....	43
3.2.4 Análise estatística.....	44
3.3 Resultados e discussão .....	45
3.3.1 Análise exploratória dos dados .....	45
3.3.2 Análise exploratória dos espectros e pré-tratamento dos dados .....	45
3.3.3 Calibração, validação e predição .....	46
3.4 Conclusão .....	48

## Capítulo 4

Uso da espectroscopia Vis/NIR para prever características tecnológicas do músculo <i>Longissimus dorsi</i> de suínos .....	49
4.1 Introdução.....	49
4.2 Material e métodos .....	50
4.2.1 Amostragem e preparação da amostra .....	51
4.2.2 Análise dos parâmetros tecnológicos.....	51
4.2.3 Espectroscopia na região do visível e infravermelho próximo (Vis/NIRS) .....	54
4.2.4 Análise estatística.....	54
4.3 Resultados e discussão .....	54
4.3.1 Análise exploratória dos dados e dos espectros.....	54
4.3.2 Calibração, validação e predição .....	56
4.4 Conclusão .....	62
<b>Conclusão geral</b> .....	63
<b>Referências</b> .....	65
Anexo I.....	75
Anexo II.....	77
Anexo III .....	79
Anexo IV .....	81
Resumos aceitos em simpósios e/ou conferências .....	83
I Simpósio de Pós-Graduação da Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos da Universidade de São Paulo – 30/11/2012.....	83
EAAP Annual Meeting 2013 – August 26 <sup>th</sup> – 30 <sup>th</sup> , 2013. Nantes – France. .	85
Premiações por trabalhos apresentados e/ou publicados.....	86

## Índice de figuras

Figura 1: Regiões espectrais de interesse para fins analíticos. ....	28
Figura 2: Esquema básico de um espectrômetro típico. ....	29
Figura 3: Diferenças no comportamento espectral em amostras frescas x congeladas. .	33
Figura 4: Análise de proteína bruta pelo método de Kjeldahl clássico. ....	42
Figura 5: Análise de extrato etéreo por extração direta em Soxhlet. ....	42
Figura 6: Obtenção dos espectros com espectroscopia no visível e no infravermelho próximo (Vis/NIRS). ....	44
Figura 7: Espectros coletados 24 horas após o abate. ....	46
Figura 8: Aferição de pH e temperatura em carcaça suína. ....	51
Figura 9: Equipamento <i>Warner Bratzler Shear Force</i> utilizado para força de cisalhamento. ....	53
Figura 10: Subamostras antes e depois do cozimento em forno. ....	53
Figura 11: Valores preditos pela espectroscopia no visível e infravermelho próximo (Vis/NIRS) e de referência do pH <sub>24</sub> . ....	57
Figura 12: Valores preditos pela espectroscopia no visível e infravermelho próximo (Vis/NIRS) e de referência do L*. ....	58
Figura 13: Valores preditos pela espectroscopia no visível e infravermelho próximo (Vis/NIRS) e de referência do valor a*. ....	58
Figura 14: Valores preditos pela espectroscopia no visível e infravermelho próximo (Vis/NIRS) e de referência do valor b*. ....	59
Figura 15: Padrão de absorção da luz em carne suína A: Macia (FC < 45N) e Dura (FC > 45N); B: Extrema Macia (FC < 30 N) e Extrema Dura (FC > 50N). Espectros coletados 24 horas após o abate. ....	61

## Índice de tabelas

Tabela 1: Organização dos abates. ....	41
Tabela 2: Estatística descritiva das variáveis dependentes (composição química).....	45
Tabela 3: Predição da composição química a partir de espectros coletados 24 horas após o abate.....	47
Tabela 4: Estatística descritiva das variáveis dependentes (parâmetros tecnológicos)..	55
Tabela 5: Predição dos parâmetros tecnológicos a partir de espectros coletados 24 horas após o abate. ....	56
Tabela 6: Matriz de confusão do classificador. ....	61
Tabela 7: Precisão, cobertura e medida F do classificador.....	61

## Lista de abreviaturas

Vis/NIRS – Espectroscopia no visível e infravermelho próximo.

NIRS – Espectroscopia no infravermelho próximo.

MIRS – Espectroscopia no infravermelho médio.

FarIRS – Espectroscopia no infravermelho distante.

I – Luz incidente.

ER – Espectro refletido.

T – Transmitância.

R – Reflectância.

CRA – Capacidade de retenção de água.

FC – Força de cisalhamento.

PC – Perda por cocção.

PG – Perda por gotejamento.

pH<sub>2</sub> – pH aferido 2 horas após o abate.

pH<sub>24</sub> – pH aferido 24 horas após o abate.

MS – Umidade (aferida em termos matéria seca).

PB – Proteína bruta.

EE – Gordura (aferida em termos de extrato etéreo).

MM – Material mineral.

SNV – *Standard Normal Variate*.

MSC – *Multiple scatter correction*.

EMSC – *Extended multiple scatter correction*.

1D – 1ª derivativa de ordem dois.

2D – 2ª derivativa de ordem dois.

PCA – *Principal component analysis*.

PCR – *Principal component regression*.

PLSR – *Partial least square regression*.

EQM<sub>c</sub>, EMQ<sub>vc</sub>, EQM<sub>p</sub> – Erro quadrático médio da calibração, validação cruzada e predição, respectivamente.

R<sup>2</sup><sub>c</sub>, R<sup>2</sup><sub>vc</sub>, R<sup>2</sup><sub>p</sub> – Coeficiente de determinação da calibração, validação cruzada e predição, respectivamente.



## Capítulo 1

### Considerações gerais

A suinocultura brasileira, a exemplo de outras cadeias produtivas do agronegócio, cresceu significativamente nos últimos anos. Esse crescimento é notado quando são analisados os vários indicadores econômicos e sociais, como volume de produção, participação no mercado mundial, número de empregos diretos e indiretos, entre outros (Berenchtein, 2012).

Em 2011, a produção mundial de carne suína foi cerca de 101 milhões de toneladas (Associação Brasileira da Indústria Produtora e Exportadora de Carne Suína - Abipecs, 2013). Segundo dados do Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística (IBGE, 2012), no acumulado de 2011 o Brasil abateu 34,862 milhões de suínos, uma produção de 3,37 milhões de toneladas, 9,4% a mais que no ano de 2010.

De acordo com a Abipecs (2013) a exportação brasileira de carne suína apresentou queda de 619 mil toneladas em 2010 para 582 mil toneladas em 2011, entretanto dados do IBGE (2012) mostram que o ano de 2011 superou o desempenho obtido no ano de 2010 em faturamento, com aumento de 9,4% no quarto trimestre.

Apesar de ser uma das carnes mais consumidas no mundo, com mais de 100 milhões de toneladas consumidas em 2011, o consumo nacional brasileiro ainda é baixo, aproximadamente 15 kg/habitante em 2011, sendo que 37% são consumidos sob a forma de carne *in natura* e 63% sob a forma de produtos processados, como linguiças e salsichas. Como comparação, em Hong Kong foram consumidos 66,5 kg/habitante de carne suína em 2011 e 40,2 kg/habitante foram consumidos na União Europeia no mesmo ano (Abipecs, 2013).

Os consumidores, que estão se tornando mais exigentes, buscam por produtos de maior qualidade, carnes com maciez e sabor garantidos (Luchiari Filho, 2006). Além disso, há aumento na preocupação com a forma de produção, processamento e comercialização da carne e também com os aspectos relacionados à saúde e bem-estar das pessoas, principalmente no que diz respeito à gordura intramuscular, pois o consumidor tem associado o seu consumo a doenças cardiovasculares (Alishahi *et al.*, 2010).

A escolha do corte cárneo baseia-se na experiência anterior (o modo de preparação e grau de satisfação na refeição), sendo influenciada pela aparência, ou seja, pela cor da carne, quantidade e distribuição da gordura, firmeza e, no caso do produto embalado, pela quantidade de líquido livre (Felício, 1998).

Em carnes, o pH está relacionado ao acúmulo de ácido láctico oriundo das modificações *post mortem*. A quantidade e a taxa de acúmulo desse ácido influenciam a qualidade final da carne, pois podem modificar, direta ou indiretamente, atributos como cor, aparência, sabor, aroma, maciez e a capacidade de retenção de água (Ramos & Gomide, 2007).

A avaliação tecnológica da qualidade da carne suína tem sido relacionada principalmente às diferenças na retenção de água e na cor, que são características essenciais que determinam a escolha do consumidor (Monroy *et al.*, 2010). Além de constituir o primeiro impacto sobre o consumidor, a cor desperta o desejo de consumir ou rejeitar a carne e pode indicar o grau de maturação ou conservação da mesma (Ramos & Gomide, 2007).

A maciez é frequentemente citada como o fator mais importante para a qualidade da carne e está diretamente ligada a satisfação do consumidor e ao ato de recompra (Bonin, 2012). As alterações bioquímicas que ocorrem no período *post mortem* são responsáveis pela transformação do músculo em carne e contribuem para o seu amaciamento (Rubensam *et al.*, 1998).

Com relação à composição centesimal, essa análise é importante em termos de rotulagem e aceitação do produto pelo consumidor, e também para garantir o equilíbrio certo dos ingredientes em produtos seco/curados ou processados, (Zamora-Rojas *et al.*, 2011).

Os métodos para análises da qualidade de carnes assim como para análises da sua composição são em geral demorados e exigem certo grau de preparo das amostras. Com a necessidade de a indústria obter respostas rápidas para essas análises, os estudos de vários pesquisadores passaram a ter como objetivo o desenvolvimento de técnicas que exijam menor manipulação, menor tempo de análise e boa precisão (Bezerra, 2009).

Entre os novos métodos pesquisados, a técnica de espectroscopia na região do visível e infravermelho próximo (Vis/NIRS – do inglês *visible/near-infrared spectroscopy*) apresenta-se como promissora alternativa para atender estas necessidades, pois é uma técnica rápida, não destrutiva e com crescente aplicação na avaliação da qualidade dos alimentos (Cen & He, 2007).

De acordo com Bonin (2012) os espectrômetros da NIRS também tem sido utilizados como forma de estimar a qualidade da carne após o abate. Quando associados à análises multivariada de dados, podem fornecer informações sobre diversas características químicas e físicas da carne simultaneamente, baseado no princípio de que diferentes ligações químicas na matéria orgânica, quando irradiadas, absorvem e emitem luz em diferentes comprimentos de onda (Prevolnik *et al.*, 2004). O espectro obtido a partir da NIRS é o resultado da reflexão da luz por moléculas orgânicas, assim, todas as bandas de absorção/reflexão são resultantes de vibrações ou combinações de vibrações (Bezerra, 2009).

A existência da radiação infravermelha foi demonstrada pela primeira vez em 1800 pelo astrônomo W. Herschel, mas o primeiro espectrômetro de infravermelho comercial foi comercializado somente em 1942 (Dufour, 2009). O Beckman IR-1 coletava espectros tanto na região do visível quanto no infravermelho (Vis/NIRS) e era utilizado para análises no campo da borracha e do petróleo (Lin *et al.*, 2009).

O desenvolvimento de aplicações analíticas da NIRS começaram em 1945 quando o departamento de agricultura dos Estados Unidos lançou um projeto de pesquisa para avaliar a qualidade de ovos (Dufour, 2009). A primeira publicação relacionando a NIRS e a análise quantitativa de um composto foi realizada por Hart e colaboradores em 1962 para a determinação da umidade em sementes.

Nos anos 1970 e 1980, houve uma explosão das aplicações agrícolas com a espectroscopia NIR. Esse desenvolvimento se deu por meio de programas governamentais e de pesquisa das universidades, sendo que o primeiro método oficial da NIRS foi adotado pela Comissão de Grãos canadense para teste na proteína do trigo. Outro desenvolvimento importante ocorreu em 1982 quando a *American Association of Cereal Chemists* (AACC) aceitou métodos baseados na NIRS para análise de grãos (Lin *et al.*, 2009).

Ao longo das últimas três décadas, a NIRS tem provado ser uma das ferramentas mais eficientes e avançadas para a estimativa de atributos de qualidade em carnes e produtos cárneos (Prieto *et al.*, 2009a). Mais recentemente, as publicações mostram que o foco dessas pesquisas está na verificação da habilidade da NIRS em prever a composição química e as características qualitativas da carne de diferentes espécies (Prevolnik *et al.*, 2004). A maioria dos estudos realizados com carne bovina focava a composição química da carne e maciez (Park *et al.*, 1998; Leroy *et al.*, 2003; Liu *et al.*, 2003; Ripoll *et al.*, 2008; e Prieto *et al.*, 2009b).

Para a carne suína, a maioria das pesquisas teve como objetivo a utilização da NIRS para determinação de características tecnológicas da carne ou seus indicadores, como por exemplo, pH, cor, capacidade de retenção de água e também a composição química, como por exemplo a gordura intramuscular, proteína, umidade (Brondum *et al.*, 2000; Meulemans *et al.*, 2003; Geesink *et al.*, 2003; Hoving-Bolink *et al.*, 2005; Monroy *et al.*, 2010; Kapper *et al.*, 2012a, 2012b; e Liao *et al.*, 2012).

Os resultados destes trabalhos tem mostrado um grande potencial da NIRS na avaliação da qualidade da carne, provando ser este um método objetivo não destrutivo e preciso capaz de identificar a presença e quantificar constituintes químicos em bandas espectrais específicas (Monroy *et al.*, 2010).

Além de bem sucedida na predição da composição e dos atributos tecnológicos, a NIRS tem sido utilizada para classificação das amostras de carne em classes de maciez, com porcentagem de acerto superior a 80% na maioria dos casos (Liu *et al.*, 2003, 2004; Meullenet *et al.*, 2004; e Bonin, 2012), indicando seu grande potencial para ser utilizada como ferramenta para agregar valor às carcaças e classificar produtos por qualidade (Bonin, 2012).

## **1.1 Objetivo geral**

Avaliar a acurácia da espectroscopia na região do visível e no infravermelho próximo (Vis/NIRS) como técnica não destrutiva para predição de características tecnológicas e composição química da carne suína.

### **1.1.1 Objetivo específico**

- Utilização da Vis/NIRS para predição do pH, cor (L\*, a\*, e b\*), força de cisalhamento e perda por cocção no músculo *Longissimus dorsi* de suínos;
- Utilização da Vis/NIRS para predição da umidade, proteína bruta, matéria mineral e gordura intramuscular (extrato etéreo) no músculo *Longissimus dorsi* de suínos.

## Capítulo 2

### Revisão bibliográfica

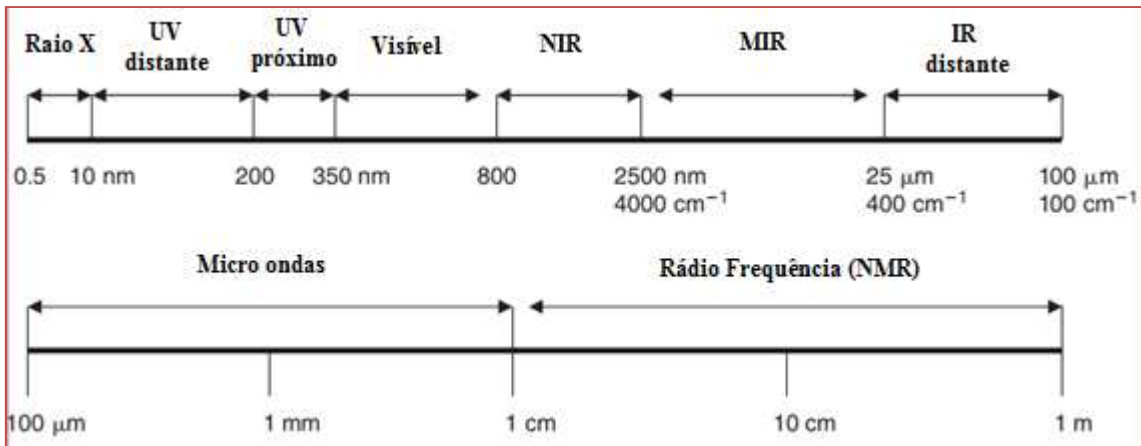
O presente capítulo tem por objetivo apresentar uma síntese daquilo que há de mais recente no emprego da espectroscopia de infravermelho próximo (NIRS) como ferramenta para prever qualidade, composição química e atributos tecnológicos da carne e produtos cárneos de diferentes espécies animais. Essa revisão aponta que, dependendo da característica a ser avaliada e dos tratamentos matemáticos aplicados, a acurácia dos modelos gerados pode variar consideravelmente. Em síntese, os trabalhos cobertos por este capítulo mostram que a NIRS tem potencial para prever simultaneamente diversas características qualitativas e quantitativas de carne e produtos cárneos.

### 2.1 Princípios básicos

O desenvolvimento de métodos analíticos rápidos para produtos alimentares possui duas abordagens principais: a utilização das propriedades físicas dos substratos como uma fonte de informação e a automatização dos métodos químicos. A maioria dos métodos analíticos rápidos são métodos espectroscópicos e baseiam-se nas propriedades físicas dos alimentos ou produtos alimentares (Dufour, 2009).

Segundo Wilson (1994), a espectroscopia pode ser dividida em dois grandes grupos: a espectroscopia de partículas, representada pela espectroscopia de massa e métodos derivados; e a espectroscopia fotônica que baseia-se no estudo da interação de uma onda eletromagnética com a matéria.

O espectro eletromagnético pode ser dividido em várias regiões espectrais e diversas delas são de interesse para os métodos analíticos (Stuart, 2004). Na Figura 1 é possível observar as várias regiões espectrais de interesse para fins analíticos.



**Figura 1: Regiões espectrais de interesse para fins analíticos. (Fonte: adaptado de Dufour, 2009)**

A espectroscopia no infravermelho (IRS, do inglês *infrared spectroscopy*) é convencionalmente dividida em três regiões do comprimento de onda (Lin *et al.*, 2009), como pode ser observado na Figura 1: espectroscopia na região do infravermelho próximo (NIR); espectroscopia na região do infravermelho médio (MIR); e espectroscopia na região do infravermelho distante (FarIR).

A região da NIRS, região de interesse no presente estudo, está compreendida na faixa de comprimento de onda que vai de 800 nm a 2500 nm (ou 12500 – 4000  $\text{cm}^{-1}$ ) e é a primeira região espectral que exhibe bandas de absorção relacionadas a vibrações moleculares (Robert & Dufour, 2006).

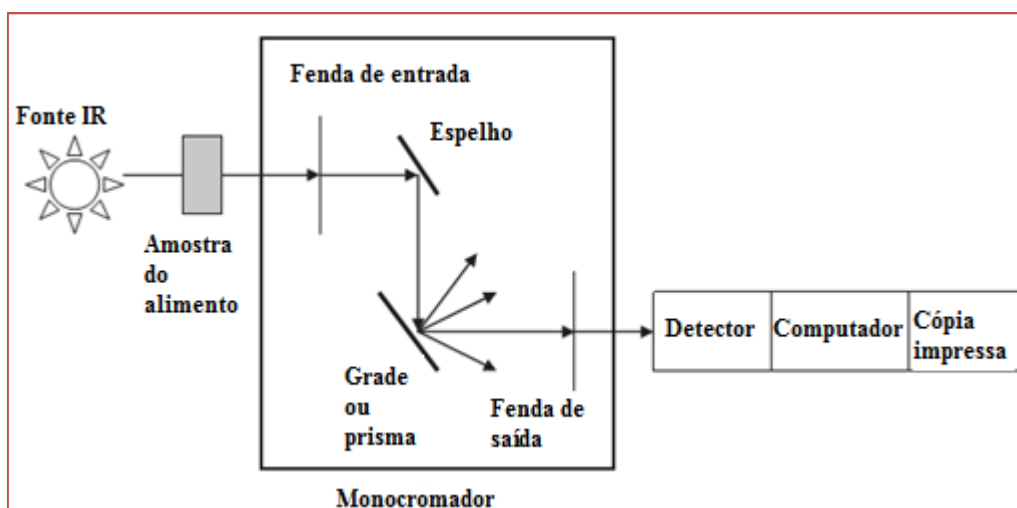
Apesar de bem definidas, a distinção entre estas três regiões pode variar dependendo do tipo de instrumentação utilizada para a aquisição da informação espectral no infravermelho. Outras distinções são baseadas nas propriedades da radiação, por exemplo, para alguns autores, de modo geral é aceito que a NIRS compreende radiação eletromagnética variando entre 750 e 2500 nm. Contudo, alguns pesquisadores definem a variação da NIRS como sendo de 650 a 2500 nm, sobrepondo a uma parte da região da luz vermelha do espectro visível que vai de 400 a 750 nm (Dufour, 2009).

Em princípio, a região do infravermelho próximo começa a partir de onde o olho humano gera nenhuma resposta visual. A partir do comprimento de onda de 650 nm ou superior, a resposta do olho humano é tão baixa que o ‘efeito de cauda’ do espectro visível é frequentemente incluído como parte da região do infravermelho próximo (Raghavachari, 2001).

De acordo com McCaig (2002), nas últimas duas décadas, os espectrômetros utilizados para adquirir a informação espectral da NIRS tem estendido seu alcance para incluir a região do visível (Vis/NIRS). A combinação da região do visível com a do infravermelho próximo em um só instrumento traz uma grande melhoria na eficiência relacionada à parte instrumental, à amostragem e ao custo analítico (McCaig *et al.*, 1992; Cozzolino *et al.*, 2003), isso porque, muitas características qualitativas estão associadas a características visuais como, por exemplo, cor e luminosidade (McCaig *et al.*, 1992).

Dufour (2009) define a espectroscopia como o estudo das interações entre uma onda eletromagnética e a matéria. Os movimentos vibracionais das moléculas induzem a absorção na região do infravermelho. Essas bandas de absorção têm sido utilizadas para análise qualitativa e quantitativa de várias moléculas. A identificação e atribuição de grupos químicos específicos a essas bandas fornecem a informação específica no produto investigado (Stuart, 2004).

Um espectrômetro típico (Figura 2) consiste numa fonte de radiação, um dispositivo de seleção de comprimento de onda (monocromador), um suporte de amostras, um detector fotoelétrico que meça a intensidade de luz detectada e a converta em sinais elétricos, e um sistema computadorizado que receba e processe os dados espectrais (Lin *et al.*, 2009).



**Figura 2: Esquema básico de um espectrômetro típico. (Fonte: adaptado de Lin *et al.*, 2009)**

Desde sua primeira aplicação industrial na década de 1950 (Locsmandi *et al.*, 2006), a NIRS tem sido amplamente utilizada nas análises laboratoriais em pesquisa e desenvolvimento, controle de qualidade e processos na indústria processadora de

alimentos e laboratórios acadêmicos. Trata-se de um método simples, rápido, flexível, que não requer reagente e pouca ou nenhuma preparação da amostra. Este pode ser utilizado para mensurar um ou vários componentes alimentares, dependendo do número de filtros de medição utilizados no instrumento (Lin *et al.*, 2009).

A Vis/NIRS tem sido utilizada para determinar cor em lã (Hammersley & Townsend, 1994), algodão (Thomasson & Shearer, 1993), e em farinha e misturas de milho (Apruzzese *et al.*, 2000). Mais recentemente, a Vis/NIRS foi aplicada para determinar a composição química e atributos tecnológicos da carne suína (Brondum *et al.*, 2000; Chan *et al.*, 2002; Savenije *et al.*, 2006; Monroy *et al.*, 2010; Liao *et al.*, 2012) e bovina (Liu *et al.*, 2003; Prieto *et al.*, 2009b; Silva *et al.*, 2009; Balieiro *et al.*, 2010).

A NIRS explora o fato de muitos produtos naturais absorverem radiação próxima ao infravermelho, numa região ou comprimento de onda específico, especialmente as ligações N-H, O-H e C-H que são fortemente absorvidas pela radiação no infravermelho próximo (Dufour, 2009).

Os estudos apontam que amostras com elevados níveis de proteínas (muita ligação N-H) absorvem mais em regiões de ligação amino do que amostras com baixo nível de proteína (Dufour, 2009). Por outro lado, amostras com elevados níveis de umidade ou açúcar, terão absorção mais elevada na região associada com hidroxilas (O-H) (Campestrini, 2005).

De acordo com Bezerra (2009), as determinações quantitativas baseiam-se no estabelecimento de uma relação matemática entre o conjunto de espectros gerados e os valores obtidos a partir de análises laboratoriais de referência. Já a aplicação qualitativa baseia-se em determinados padrões de comportamento dos espectros tais como: inflexões, mudanças de bandas de reflexão, entre outros, em decorrência de algum tipo de alteração física ou química do produto pesquisado.

É conhecido que os dados obtidos pelo espectrômetro de NIRS (sinais/dados espectrais) apresentam muitos ruídos e contém informações que, por vezes, não são relevantes ao estudo em andamento tornando difícil a associação do espectro às características que estão sendo avaliadas, e conseqüentemente, sua interpretação e modelagem (Panero, 2007). Nesse sentido, o pré-tratamento dos dados espectrais é importante para o processamento de dados coletados com a NIRS, seja o objetivo uma simples análise exploratória para mineração de dados, a geração de um classificador ou a construção de um bom e robusto modelo de predição (Rinnan *et al.*, 2009).

Como exemplos de pré-tratamento de dados espectrais podemos citar: *Baseline Correction* (BC – correção de linha base), *Standard Normal Variate* (SNV – transformação padrão normal de variação), *Multiple Scatter Correction* (MSC – correção do espalhamento multiplicativo), *Extended Multiple Scatter Correction* (EMSC - correção do espalhamento multiplicativo estendido), 1ª e 2ª Derivadas de ordem dois.

Além dos pré-tratamentos, são aplicados modelos de regressão para análise dos dados tais como: *Principal Component Analysis* (PCA – análise de componentes principais), *Principal Component Regression* (PCR – regressão de componentes principais), e *Partial Least Square Regression* (PLSR – regressão de quadrados mínimos parciais) (Panero, 2007). Tais análises de regressão são aplicadas com intuito de melhorar o desempenho dos modelos de predição e classificação.

Apesar de serem objeto de constante estudo e revisão durante toda a realização deste projeto, não é objetivo deste trabalho discutir detalhadamente aspectos relacionados aos pré-tratamentos e modelos de regressão acima citados. Uma revisão detalhada sobre o assunto foi realizada por Da-Wen Sun (Sun, 2009)<sup>1</sup>.

## 2.2 Avaliação da qualidade da carne utilizando NIRS

A NIRS tem sido amplamente aplicada para a análise quantitativa dos constituintes químicos, tais como teor de proteínas, umidade e gorduras em produtos de origem animal e vegetal (Berzaghi *et al.*, 2005).

O uso da NIRS para a predição de propriedades funcionais e variáveis de qualidade nos alimentos é cada vez mais frequente (Molette & Berzaghi, 2001). Murray *et al.* (2001) destacam que a análise discriminativa torna possível a utilização da NIRS para a identificação e controle da pureza e qualidade da amostra como, por exemplo, para autenticação de suco de laranja, azeite, e arroz Basmati (Berzaghi *et al.*, 2005); para especiação (McElhinney *et al.*, 1999; Thyholt *et al.*, 1998), e classificação da carne (Hervás *et al.*, 1994; Fumière *et al.*, 2000).

Com relação à especiação e classificação da carne, Destefanis *et al.* (2000), Rodbotten *et al.* (2000), Cozzolino *et al.* (2002a e 2002b) classificaram com êxito

---

<sup>1</sup>Para maiores esclarecimentos, sugerimos a leitura dos capítulos 2 – *Data pre-processing* e 3 – *Multivariate Calibration for Quantitative Analysis* do livro *Infrared Spectroscopy for Food Quality Analysis and Control* (Sun, 2009).

amostras de carne de acordo com a raça e/ou hipertrofia muscular, sistema de alimentação, e sexo por meio das diferenças na composição química ou propriedade física (força de cisalhamento, luminosidade – L\*, etc.) de amostras.

Cozzolino & Murray (2004) afirmaram que as características químicas e físicas, tais como umidade, pigmentação, gordura intramuscular, ácidos gordos poli-insaturados, textura e outras características (estrutura muscular e tipo de fibras musculares) poderiam explicar as diferenças entre amostras de carne de diferentes espécies (carne bovina, canguru, carneiro, porco e frango). Neste estudo, as bandas espectrais entre 2200 e 2300 nm foram relacionados com grupos = C - H e C = C insaturados, sugerindo que as diferenças no conteúdo de ácidos gordos poli-insaturados podem ter contribuído para a diferenciação do músculo em espécies diferentes. A mesma conclusão foi apresentada por Andrés *et al.* (2007) para explicar o sucesso obtido na discriminação entre raças de cordeiro.

McDevitt *et al.* (2005) relataram que os efeitos de dispersão, devido às variações no conteúdo de gordura de diferentes genótipos ou tratamentos dietéticos poderia ter proporcionado a base para classificar as carcaças de frango de acordo com o genótipo ou tratamento dietético. No entanto, a discriminação entre as aves do sexo masculino e feminino não foi tão clara, provavelmente porque todas as aves utilizadas no estudo eram sexualmente imaturas. Os trabalhos de Ding *et al.* (1999) e Fumière *et al.* (2000) utilizaram a NIRS para verificar a viabilidade de classificar frangos de crescimento lento VS crescimento rápido, e com base nos espectros obtidos geraram um classificador bem sucedido.

Prieto *et al.* (2009a) salientam que uma das aplicações mais úteis da NIRS é a detecção de possíveis ações fraudulentas em produtos cárneos. Ding & Xu (2000) demonstraram a potencialidade da NIRS na detecção de adulteração de hambúrguer bovino com 5 a 25% de carne de carneiro, suína, leite em pó, ou farinha de trigo com uma acurácia de até 92,7% devido a diferenças na concentração de água e gordura, capacidade de retenção de água e estabilidade da emulsão.

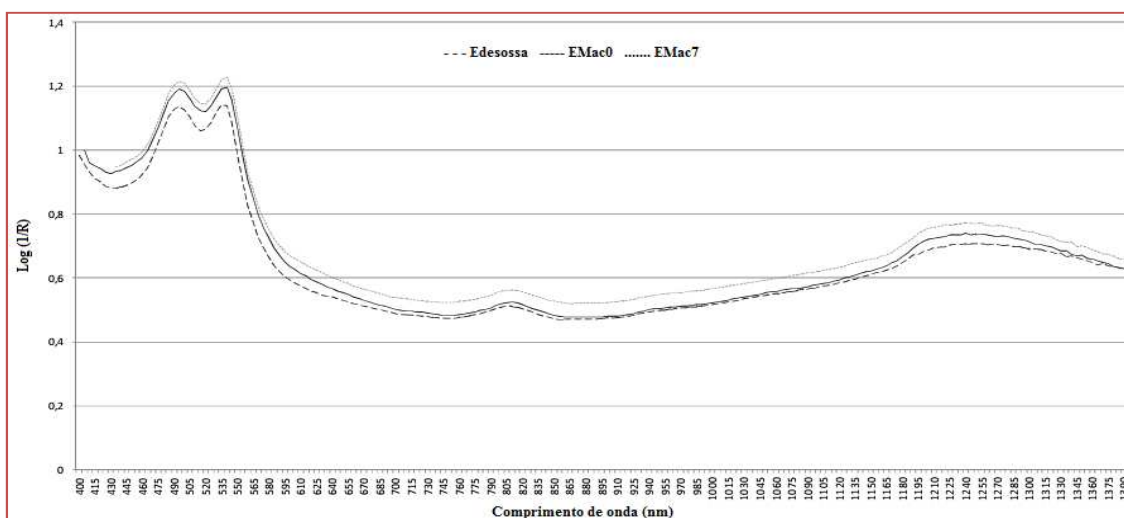
Berzaghi *et al.* (2006) demonstraram que a NIRS pode ser utilizada para detectar o uso de promotores de crescimento ilegais em bovinos de corte. Estes afetam o metabolismo do crescimento em animais que passam a apresentar menor teor de proteína bruta e um valor maior de luminosidade quando tratados com promotores de crescimento.

Ortiz-Somovilla *et al.* (2005) desenvolveram um estudo para identificar misturas de carnes de Suínos Ibéricos (considerados de elevadíssima qualidade, portanto de maior valor agregado) com carne suína normal em linguiças frescas e secas/curadas. O modelo matemático gerado nesse estudo mostrou-se bom suficiente para detectar linguiças que sofreram adulteração com carne suína mais barata.

O trabalho de revisão realizado por Alishahi *et al.* (2010) apresenta diversos exemplos que corroboram o uso da NIRS como uma tecnologia promissora na discriminação de alimentos e/ou ingredientes transgênicos. Isso porque a técnica permite detecção rápida, precisa e geralmente em uma escala comercial de tais ingredientes por meio da identificação de mutações e alterações na estrutura genotípica dos mesmos.

Outra ação que constitui fraude é o fato de carnes previamente congeladas serem descongeladas e então vendidas como frescas. De acordo com Ballin & Lametsch (2008), variações nas temperaturas de armazenamento e de congelamento induzem diferentes alterações físicas que resultam em mudanças de cor devido a alterações na hemoglobina. Além disso, a distribuição e a capacidade de se ligar a água é alterada durante o congelamento; tais mudanças podem ser detectadas pela NIRS.

Bonin (2012) também relatou essa diferença no comportamento espectral em carne de bovinos da raça Nelore ao comparar os espectros coletados na desossa (carne fresca) com os coletados em amostras com zero e sete dias de maturação (congelados e então descongelados para a análise; Figura 3).



**Figura 3: Diferenças no comportamento espectral em amostras frescas x congeladas. ( - - - Desossa, fresca; — Zero dias, descongelada; ..... Sete dias, descongelada). Fonte: Bonin (2012)**

Uma das justificativas apontadas pela autora para tal diferença é fato de que, durante o congelamento, ocorre a formação de cristais de gelo que podem vir a causar rupturas na estrutura muscular. Durante o processo de descongelamento, tais rupturas contribuem para uma maior perda de líquidos, e isso afetaria o modo como a luz seria absorvida ou refletida.

Em outro trabalho Al-Jowder *et al.* (1997) avaliaram a carne moída de frango armazenada a  $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$  usando NIRS, e demonstraram que: de 40 amostras frescas e 40 amostras descongeladas, apenas uma amostra descongelada foi erradamente agrupada como fresca. Dado que o histórico das amostras antes da compra era desconhecido, os autores justificam que é possível que esta amostra tenha realmente sido congelada.

Liu *et al.*, (2004) utilizaram Vis/NIRS para avaliar 525 peitos inteiros de frango. As amostras foram armazenadas durante 7 dias a 4, 0, -3, -12 e  $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ , seguido de 7 dias a  $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$  e, então, analisadas a  $4\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Os espectros de correlação mostraram picos simples em torno de 445, 475 e 560 nm, associado à desoximioglobina, metoximioglobina e oximioglobina, respectivamente. As intensidades dos picos mudaram significativamente com a temperatura de armazenamento e, além disso, dois picos a 1465 e a 1960 nm exibiram uma diminuição na intensidade com um decréscimo nas temperaturas de congelamento.

De acordo com resultados publicados (Prevolnik *et al.*, 2004; Prieto *et al.*, 2009a), a eficiência da NIRS em prever a composição da carne será superior ou inferior dependendo de fatores críticos como preparação da amostra e confiança nos métodos de referência. Vários autores relatam que amostras de carne moída apresentam maior acurácia de predição da composição química do que amostras intactas (Cozzolino & Murray, 2002; Tøgersen *et al.*, 2003; Prevolnik *et al.*, 2005; Gaitán-Jurado *et al.*, 2008), isso porque amostras moídas representam uma mistura mais homogênea (Prevolnik *et al.*, 2004).

Em amostras intactas, as fibras musculares ou miofibrilas por si só podem agir como fibras ópticas que tendem a conduzir a luz ao longo do seu comprimento por uma série de reflexões internas. E ainda, o músculo intacto absorve mais energia conferindo menor reflectância quando comparado ao músculo homogeneizado. A homogeneização rompe severamente a estrutura do músculo, destruindo e randomizando o arranjo de fibras do músculo (Prieto *et al.*, 2009b).

Dessa forma, estes estudos apontam que o rigoroso controle do método de referência, preparação da amostra e ainda, o pré-tratamento dos dados para construção

do modelo de calibração são de grande importância para melhorar a acurácia da NIRS para predição da composição da carne.

### 2.3 Aplicações da NIRS na composição química da carne

São vários os estudos demonstrando que os componentes químicos da carne são preditos com sucesso pela NIRS, indicando que essa é uma técnica simples e confiável para mensurar a composição da carne de forma rotineira (Prieto *et al.*, 2009a). Entretanto, autores como Cozzolino *et al.* (2002b), Savenije *et al.* (2006) e Abeni & Bergoglio (2001) observaram níveis de erro elevados para a predição de proteína bruta, gordura intramuscular e umidade (matéria seca) na carne bovina, suína e de aves, respectivamente.

Rodbotten *et al.* (2000) utilizaram a NIRS para mensurar a gordura intramuscular de amostras intactas de carne bovina. Os espectros foram coletados dos 1.100 aos 2.500 nm a 4 nm de resolução. Os modelos construídos obtiveram acurácia de 76 a 84% para predição da gordura intramuscular. No trabalho de Cozzolino *et al.* (2002b) a Vis/NIRS foi utilizada para predizer a composição do músculo bovino e formar um sistema de rastreamento da produção. Os resultados apresentaram, respectivamente, valores de  $R^2_c$  e erro padrão na validação cruzada de 0,09 e 15,6 para umidade, 0,89 e 46,9 para gordura, e 0,48 e 23,9 para proteína bruta.

Viljoen *et al.* (2007) utilizaram a NIRS como ferramenta para predizer a composição química (cinzas, matéria seca, proteína bruta e gordura) da carne de carneiros Merino. O coeficiente de correlação (R) e o erro padrão da predição (SEP) para a composição química foram: cinzas (0,93 e 0,15%), matéria seca (0,96 e 0,38%), proteína bruta (1,00 e 0,92%) e gordura (1,00 e 0,43%), respectivamente.

Em um estudo realizado na Espanha por Zamora-Rojas *et al.* (2011) foi avaliado o desenvolvimento, validação e atualização dos modelos baseados na NIRS para análise contínua do músculo (*Gluteus medius*, *Masseter*, *Longissimus dorsi* e *Spinalis dorsi*) de suínos Ibéricos. Os modelos de calibração foram construídos para predizer gordura, umidade e proteína. Os resultados encontrados corroboram com a visão geral de que a NIRS é adequada para a avaliação da composição química da carne, constituindo um método promissor para a classificação individual de animais em programas de melhoramento genético com base no conteúdo de gordura intramuscular.

A NIRS também tem se destacado na indústria processadora de alimentos. O trabalho realizado por Gaitán-Jurado *et al.* (2008) avaliou a acurácia da NIRS em determinar gordura, umidade e proteína de linguiças secas/curadas, inteiras e homogeneizadas, com o objetivo de habilitar essa tecnologia para realização de controle em vários pontos durante o processo de fabricação e distribuição.

Para linguiças inteiras, os coeficientes de determinação da calibração ( $R^2_c$ ) para a umidade, gordura e proteína foram 0,98, 0,93 e 0,97, respectivamente. Já para amostras homogeneizadas 0,99, 0,98 e 0,97, respectivamente. O SEP para a validação externa nas linguiças inteiras foram 1,47%, 0,97% e 1,08% de umidade, gordura e proteína, respectivamente. Nas homogeneizadas, estes valores foram inferiores: 0,71%, 0,41% e 0,95%, respectivamente.

O campo da aquicultura relata sucesso na utilização da NIRS para análises quantitativas. Um estudo realizado por Uddin *et al.* (2007) avaliou a composição de sardinhas frescas inteiras (*Sardinops melanostictus*) e obteve precisão de 85% para predição da gordura intramuscular. A NIRS também foi empregada com sucesso para determinar a umidade e cloreto de sódio em salmão (*Salmo solar*) curado (Huang *et al.*, 2003) e defumado a frio (Huang *et al.*, 2002).

Apesar da variação nos resultados encontrados em vários estudos publicados, tais trabalhos destacam que a NIRS tem habilidade para predizer a composição química da carne, apresentando grande potencial para substituir as atuais técnicas de referência, muitas vezes demoradas, caras e que utilizam reagentes que podem ser perigosos e tóxicos.

## **2.4 Aplicações da NIRS para avaliação de características tecnológicas da carne**

Na revisão de Prieto *et al.* (2009b), a autora concluiu que a NIRS tem habilidade limitada para estimar os parâmetros tecnológicos da carne tais como pH, força de cisalhamento (FC), perda de água por gotejamento, capacidade de retenção de água.

A baixa acurácia da NIRS para essa finalidade deve-se, principalmente, à heterogeneidade das amostras de carne e à baixa precisão dos métodos de referência refletindo nos baixos coeficientes de determinação reportados. Entretanto, os resultados apresentados naquela revisão demonstram que o sucesso da capacidade preditiva da NIRS para tais características não é um consenso, variando de acordo com a

metodologia aplicada, principalmente no que diz respeito aos pré-tratamentos e modelos de regressão aplicados.

Brondum *et al.* (2000) avaliaram a capacidade da NIRS, quando aplicada na linha de abate (*online system*), em medir a capacidade de retenção de água (CRA) dos músculos *Longissimus dorsi* e *Semitendinosus* de 39 suínos, e observaram que as equações obtidas explicaram 38% dessa característica.

No trabalho de Chan *et al.* (2002) a Vis/NIRS foi testada como método não destrutivo para avaliar a qualidade de 411 lombos suínos frescos. Os parâmetros tecnológicos avaliados foram cor (sistema CIEXYZ), pH, CRA, força de cisalhamento (*Warner-Bratzler*) (FC), e perda por cocção (PC). Aproximadamente 80% das amostras foram utilizadas para calibração e 20% para validação. Os valores de XYZ foram bem preditos com  $R^2$  superiores a 0,91. Entretanto o modelo de calibração para as demais características (pH, CRA, FC e PC) variou de moderado ( $R^2 = 0,002$ ) a ruim ( $R^2 = 0,51$ ).

Cozzolino *et al.* (2003) utilizaram Vis/NIRS para predizer a cor (CIELab) no músculo suíno intacto e homogeneizado. Para as amostras intactas os autores encontraram  $R^2$  na calibração de 0,15 a 0,30 para  $L^*$ , 0,67 a 0,93 para  $a^*$  e 0,20 a 0,60 para  $b^*$ . Já nas amostras homogeneizadas o  $R^2$  encontrado foi de 0,30 a 0,62 para  $L^*$ , 0,46 a 0,96 para  $a^*$  e 0,12 a 0,27 para  $b^*$ . Barlocco *et al.* (2006) obtiveram acurácia de 38% para carne suína homogeneizada e 64% em amostras de carne suína intacta nos modelos de predição da FC.

Savenije *et al.* (2006) avaliaram a perda por gotejamento (PG), cor (CIELab) e pH em 207 suínos provenientes de três lotes independentes. A acurácia do modelo de calibração variou de 31 a 83% para essas características. Quando aplicada a validação externa o modelo apresentou acurácia variando 31 a 79%.

Em um estudo realizado na Holanda, Geesink *et al.* (2003) construíram um modelo de predição de atributos qualitativos da carne suína baseado em NIRS e obtiveram correlações moderadamente fortes para os fatores pH final (24 horas), PG, e valor  $L^*$  com  $R^2$  variando de 0,71 a 0,74.

Rippol *et al.* (2008) coletaram espectros do músculo *L. dorsi* de 190 touros jovens e construíram um modelo cujo  $R^2$  da calibração para CRA e FC foi de 0,86 e 0,74, respectivamente. Já na predição utilizando um banco de dados externo a acurácia do modelo foi de 89% para CRA e 74% para FC.

Recentemente, equações para predição de atributos tecnológicos gerados por Kapper *et al.* (2012a) obtiveram  $R^2$  de 0,73 para PG,  $R^2$  de 0,75, 0,51 e 0,55 para os valores de  $L^*$ ,  $a^*$  e  $b^*$ , respectivamente, e ainda  $R^2$  de 0,36 para o pH final. Kapper *et al.* (2012b) coletaram amostras de 685 músculos *L. dorsi* de suínos em indústrias processadoras e desenvolveram modelos com  $R^2$  de 0,76 para PG,  $R^2$  de 0,67 para valor  $L^*$  e  $R^2$  de 0,65 para o pH24.

A NIRS também tem apresentado sucesso na predição de atributos tecnológicos em bovinos. Prieto *et al.* (2009b) avaliaram a implementação em linha de Vis/NIRS para predizer atributos de qualidade da carne bovina. O modelo de calibração testado com validação cruzada obteve acurácia de 86%, 86% e 91% para os valores de  $L^*$ ,  $a^*$  e  $b^*$ , respectivamente, 31% para PC e 54% para FC. Cai *et al.* (2011), utilizando NIRS com transformada de Fourier, construíram um modelo cuja predição para FC obteve  $R^2$  de 0,70.

Baseado nas publicações recentes é possível observar uma melhora na capacidade preditiva dos modelos matemáticos baseado na NIRS, constatando assim, o potencial dessa tecnologia para predição das características tecnológicas da carne e de produtos cárneos.

Em resumo, a adequada preparação das amostras e coletas dos espectros, associados a algoritmos de pré-tratamento dos dados e a modelos de regressão fazem da NIRS uma excelente tecnologia para predição da composição química, das características tecnológicas e para elaboração de sistemas de classificação em grupos de carnes e produtos cárneos.

## Capítulo 3

### Uso da espectroscopia Vis/NIR para prever a composição química do músculo *Longissimus dorsi* de suínos

O presente capítulo foi elaborado com o objetivo de verificar o potencial da espectroscopia na região do visível e infravermelho próximo (Vis/NIRS) em prever a composição química da carne suína. Para isso, os espectros do músculo *Longissimus* de 134 suínos foram utilizados na construção de modelos para prever matéria seca (MS), proteína bruta (PB), matéria mineral (MM) e gordura (EE). Os modelos de predição desenvolvidos nesse trabalho apresentaram uma baixa capacidade preditiva para todas as características avaliadas.

#### 3.1 Introdução

A qualidade da carne e, conseqüentemente, dos produtos fabricados com carne está relacionada a diversos fatores como sistema de produção, alimentação, genótipo, idade e condições pré e pós abate (Barlocco *et al.*, 2006; Bonneau & Lebret, 2010).

Os componentes químicos da carne suína fresca tais como gordura, umidade, minerais e proteína, além de constituírem características de importância econômico-nutricional, são importantes em termos de rotulagem e aceitação do consumidor, e também para garantir o equilíbrio certo dos ingredientes em produtos secos/curados ou processados, (Zamora-Rojas *et al.*, 2011).

Quanto maior o percentual de umidade, maior a quantidade de água na carne, o que apresenta tanto implicações legais quanto no controle de processos. Legais pelo fato de o consumidor pagar por água como se fosse carne, o que constitui fraude, e no controle de processo porque a umidade alta acarreta em maior tempo de secagem do produto e também diminui o tempo de conservação, uma vez que facilita a proliferação de bactérias (Alishahi *et al.*, 2010).

A gordura intramuscular da carne suína é considerada fator chave que influencia características sensoriais tanto da carne como de produtos cárneos. O teor de gordura é fundamental para determinar o tempo e condições de maturação de produtos cárneos

(Barlocco *et al.*, 2006). Em relação à carne *in natura*, o consumidor contemporâneo procura conhecer a composição do alimento que ingere, e a associação da ingestão de gordura a doenças cardiovasculares faz com que esse consumidor esteja preocupado com a quantidade de gordura presente na carne que ele compra e consome (Alishahi *et al.*, 2010).

Deste modo, cada vez mais, a indústria da carne requer métodos em tempo real para o controle de qualidade da carne fresca, a fim de ser capaz de melhorar a eficiência, garantir homogeneidade, atender expectativas do consumidor e cumprir com a legislação atual (Zamora-Rojas *et al.*, 2011).

Os atuais métodos para determinação da composição química da carne são normalmente destrutivos, de alto custo, trabalhosos e inadequados principalmente quanto à sua aplicação em linhas de abate comerciais. Nesse sentido, tecnologias como a espectroscopia no infravermelho próximo (NIRS) têm sido cada vez mais utilizadas para a análise de carne (Prevolnik *et al.*, 2004; Prieto *et al.*, 2009a).

No Brasil, no que diz respeito ao emprego da NIRS para avaliar a composição da carne suína, até o momento, apenas o trabalho de Kessler *et al.* (1992), utilizaram essa tecnologia para determinar a quantidade de proteína bruta, gordura, água e energia bruta de carcaças suínas moídas inteiras. Esses autores encontraram coeficientes de determinação variando de 0,79 a 0,98 e erros padrão de calibração que variaram de 0,34 a 1,24%.

Entretanto, a indústria necessita de um método analítico que possa ser aplicado sem que haja destruição das carcaças. Nesse sentido, o presente trabalho tem por objetivo utilizar a espectroscopia no visível e infravermelho próximo (Vis/NIRS) para prever a composição química da carne suína em amostras inteiras do músculo *Longissimus dorsi*.

### **3.2 Material e métodos**

O trabalho foi conduzido no Departamento de Zootecnia da Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos (FZEA) da Universidade de São Paulo (USP), em Pirassununga, São Paulo, Brasil.

Foram avaliadas amostras do músculo *Longissimus dorsi* de 134 suínos pertencentes à suinocultura experimental da USP, coletadas no Abatedouro Escola da Universidade.

### 3.2.1 Amostragem e preparação da amostra

As amostras foram coletadas em quatro etapas, em quatro dias diferentes, correspondentes a quatro lotes de 30, 37, 42 e 25 animais, respectivamente, conforme Tabela 1. Após o abate as carcaças dos animais foram identificadas individualmente e resfriadas por 24 horas em câmara fria com temperatura entre 0 e 5 °C.

**Tabela 1: Organização dos abates.**

Lote	# animais
1	30
2	37
3	42
4	25
TOTAL	134

Passada 24 horas, uma amostra do músculo *Longissimus* da meia carcaça esquerda de cada animal, com aproximadamente 2,54 cm de espessura, foi retirada na região da 9ª costela. Todas as amostras foram congeladas em câmara frigorífica a aproximadamente -5°C até o momento da análise.

Previamente às análises, as amostras foram transferidas para geladeira (temperatura entre 0 e 5 °C), onde permaneceram por aproximadamente 12 horas. Depois de descongeladas, as mostras foram trituradas em um multiprocessador (*Waring Blendor* - 34BL97) por 20 segundos.

### 3.2.2 Análise da composição centesimal

As análises de matéria seca (MS), proteína bruta (PB), gordura (EE) e matéria mineral (MM) foram realizadas no Laboratório de Bromatologia da FZEA/USP.

A análise de matéria seca foi realizada pelo método de perda por dessecação por meio de secagem direta em estufa a 105°C, seguindo rigorosamente as especificações do protocolo 012/IV do Instituto Adolfo Lutz (IAL, 2008a). A análise de proteína bruta foi

realizada pelo método de Kjeldahl clássico (Figura 4), de acordo com o descrito no protocolo 036/IV do Instituto Adolfo Lutz (IAL, 2008b).



**Figura 4: Análise de proteína bruta pelo método de Kjeldahl clássico.**

Para a determinação de gordura foi realizada a análise de extrato etéreo por meio de extração direta em Soxhlet (Figura 5), seguindo o protocolo 032/IV do Instituto Adolfo Lutz (IAL, 2008c). Já a matéria mineral foi determinada pelo método resíduo por incineração (Cinzas) seguindo o protocolo 018/IV do Instituto Adolfo Lutz (IAL, 2008d).



**Figura 5: Análise de extrato etéreo por extração direta em Soxhlet.**

Nos anexos I, II, III e IV é possível visualizar na íntegra os protocolos das análises de MS, PB, EE e MM, respectivamente.

### **3.2.3 Espectroscopia na região do visível e infravermelho próximo (Vis/NIRS)**

A análise de espectroscopia (Figura 6) foi realizada na subamostra correspondente à 11ª costela, em sua face direita, utilizando um espectrômetro portátil, modelo EPP2000CXR-SRs, na faixa de comprimento de onda 200 a 1.540 nm. Foi utilizada uma probe de reflectância para a transmissão da luz refletida a partir da superfície da amostra para um detector interno.

O equipamento foi calibrado em função de um padrão preto e outro branco, com o objetivo de gerar uma leitura de referência (Ref). A luz foi fornecida por uma lâmpada halógena de 20W, com reflexão difusa. A partir da leitura do padrão branco foi possível estimar a quantidade de luz incidente (I).

Assim, a partir do espectro refletido pela amostra (ER) o valor de transmitância (T) pode ser determinado pela Equação 1, apresentada abaixo:

$$T = \frac{ER}{I} \quad (1)$$

onde:

$T$  = transmitância;

$ER$  = espectro refletido; e

$I$  = luz incidente.

A resolução espectral para leitura foi fixada em 5 nm e o valor considerado foi uma média de cinco leituras. Cada subamostra foi avaliada em dois pontos diferentes, sendo os valores considerados a média dos dois pontos.

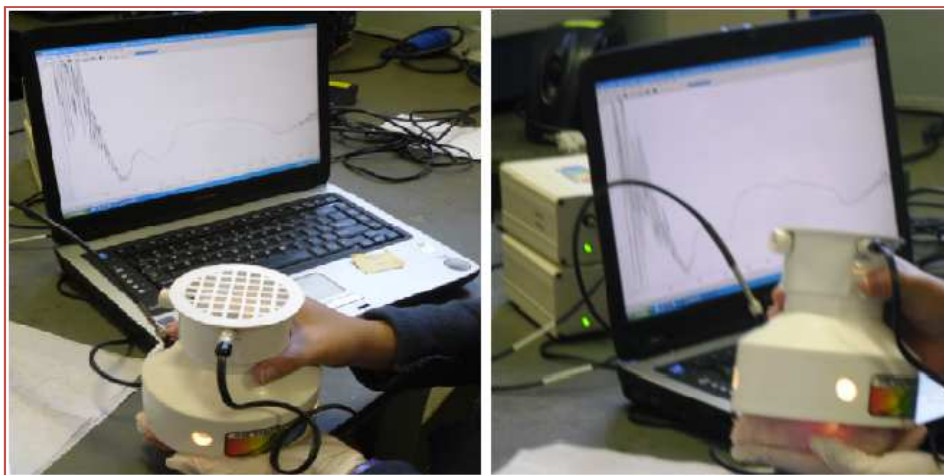


Figura 6: Obtenção dos espectros com espectroscopia no visível e no infravermelho próximo (Vis/NIRS).

### 3.2.4 Análise estatística

Os espectros da NIRS coletados no modo transmitância foram convertidos para valores de absorbância utilizando a Equação 2, abaixo:

$$\log_{10}(1/(T/100)) \quad (2)$$

onde:

$T$  = porcentagem de transmitância.

O valor de absorbância da amostra, em cada comprimento de onda, foi definido como a média das duas observações. Os espectros geraram 204 pontos de dados que foram considerados como sendo as variáveis independentes e as características MS, PB, EE e MM como variáveis dependentes.

Para análise dos dados foram utilizados os métodos de Análise de Componentes Principais (PCA) e Regressão de Quadrados Mínimos Parciais (PLSR), utilizando o *software* Unscramble®X 10.1 (CAMO Software AS, Oslo, Noruega). Em uma primeira análise exploratória, as amostras que apresentaram valores de *Hotelling*  $T^2$  superiores a 1% foram consideradas *outliers* e retiradas do banco de dados.

Para melhorar a acurácia das predições foram aplicados algoritmos de pré-tratamento de dados (*Standard Normal Variate*, *Multiple Scatter Correction*, *Extended Multiple Scatter Correction*, 1ª e 2ª Derivativas de ordem dois). As curvas de calibração foram determinadas utilizando o método de validação aleatória interna, com 60% do

banco de dados selecionado aleatoriamente para desenvolvimento das curvas de calibração e 40% para teste da acurácia preditiva destas equações.

### 3.3 Resultados e discussão

#### 3.3.1 Análise exploratória dos dados

As análises da composição química realizadas seguindo a metodologia tradicional tiveram por objetivo a construção do banco de referência. A criteriosa obtenção dos dados de referência é de grande importância para o sucesso ou insucesso dos modelos de predição a serem gerados (Prevolnik *et al.*, 2004).

Os dados da estatística descritiva da composição química da carne suína encontram-se resumidos na Tabela 2. Os valores de MS, PB, MM e EE encontrados neste trabalho estão de acordo com os citados nos trabalhos de Ortiz-Somovilla *et al.* (2007), Ramirez & Cava (2007), Gaitán-Jurado *et al.* (2008) e Juaréz *et al.* (2009).

**Tabela 2: Estatística descritiva das variáveis dependentes (composição química).**

Características	MS	PB	MM	EE
Média	27,46	23,31	1,13	2,61
Máx	33,85	34,81	4,64	7,12
Mín	23,57	18,20	0,16	0,22
Variação	10,28	16,61	4,48	6,89
DP	1,67	1,94	0,36	1,34
Variancia	2,79	3,76	0,13	1,81
RMS	27,51	23,39	1,19	2,94
Mediana	27,13	23,23	1,10	2,46

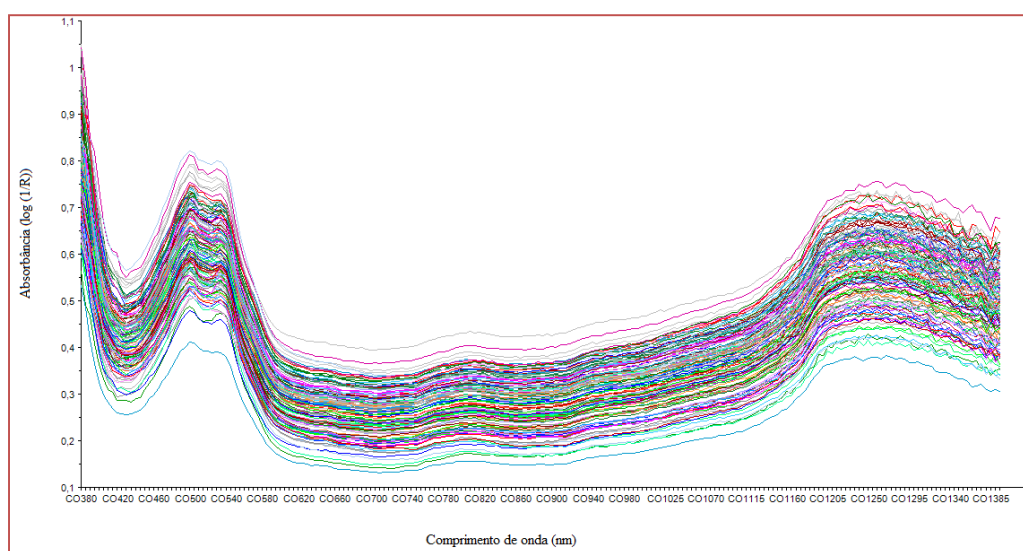
DP = Desvio Padrão; RMS = *Root Mean Square* (Raiz Média Quadrática); MS = Matéria Seca; PB = Proteína Bruta; MM = Matéria Mineral; EE = Extrato Etéreo.

#### 3.3.2 Análise exploratória dos espectros e pré-tratamento dos dados

Os espectros coletados (Figura 7) apresentaram baixo nível de ruído e as regiões de absorção espectral variaram de 0,25 a 0,8 log (1/R) dos 420 aos 540 nm, e de 0,35 a 0,75 log (1/R) dos 1.205 aos 1.385 nm. O pico de absorção da carne suína (acima de 1 log (1/R)) aconteceu aos 380 nm. Os espectros coletados por Cozzolino *et al.* (2003)

apresentaram variação de absorção de 0,20 a 1,1 log (1/R), aproximadamente, dos 400 aos 1.400 nm, ou seja, próximo ao observado neste trabalho.

Mais recentemente, Kapper *et al.*(2012a e 2012b) relataram variações de absorção de 0,5 a 2,7 log (1/R) e 1 a 2,8 log (1/R), respectivamente, para espectros coletados no músculo *L. dorsi* de suínos. Uma possível causa da diferença de absorção poderia ser explicada pelo fato desses autores terem utilizado estimulação elétrica nas carcaças suínas, o que acelera a conversão do músculo em carne e também promove rupturas na estrutura muscular, isso pode afetar a forma com que a luz é absorvida pelo músculo.



**Figura 7: Espectros coletados 24 horas após o abate.**

Dos diversos pré-tratamentos realizados para cada característica, foram selecionados os modelo que apresentaram maiores valores de  $R^2$  e menores valores para o erro quadrático médio (EQM) na calibração e validação (Tabela 3).

### 3.3.3 Calibração, validação e predição

Os valores de  $R^2$  encontrados neste trabalho para calibração, validação cruzada e predição bem como seus respectivos EQM estão apresentados na Tabela 3.

**Tabela 3: Predição da composição química a partir de espectros coletados 24 horas após o abate.**

Características	Pré - tratamento	$n_c$	$F$	$R^2_c$	EQM <sub>C</sub>	$R^2_{vc}$	EQM <sub>VC</sub>	$R^2_p$	EQM <sub>P</sub>
MS	EMSC	83	3	0,47	1,07	0,31	1,25	0,18	1,73
PB	1D	83	2	0,39	1,26	0,21	1,45	0,13	2,16
MM	2D	83	1	0,38	0,12	0,31	0,13	NA	0,55
EE	MSC + 1D	83	2	0,31	1,09	0,11	1,25	0,28	1,17

MS = Matéria Seca; PB = Proteína Bruta; MM = Matéria Mineral; EE = Extrato Etéreo; EMSC = *Extended Multiple Scatter Correction*; 1D = 1ª Derivativa de ordem 2; 2D = 2ª Derivativa de ordem 2; MSC + 1D = *Multiple Scatter Correction* + 1ª Derivativa de ordem 2;  $n_c$  = número de amostras utilizadas no modelo de calibração;  $F$  = número de fatores na equação;  $R^2_c$  = coeficiente de determinação da calibração; EQM<sub>C</sub> = erro quadrático médio da calibração;  $R^2_{vc}$  = coeficiente de determinação da validação cruzada; EQM<sub>VC</sub> = erro quadrático médio da validação cruzada; NA = Nulo;  $R^2_p$  = coeficiente de determinação da predição; EQM<sub>P</sub> = erro quadrático médio da predição.

Os modelos preditivos da MS e EE gerados neste trabalho apresentaram um poder de predição inferior ao observado na literatura. Ao analisarem a composição da massa de carne suína para fabricação de linguiças utilizando espectros coletados com a NIRS, Ortiz-Somovilla *et al.* (2007) geraram modelos capazes de prever a porcentagem de gordura e umidade na massa cárnea com acurácia acima de 97% na validação externa. Este resultado é muito superior ao encontrado em nosso trabalho que registrou 18% e 28% de acurácia para a umidade e gordura, respectivamente.

Barlocco *et al.* (2006) desenvolveram um modelo onde o espectro coletado com NIRS foi utilizado para gerar um modelo de calibração, cuja acurácia dos modelos para prever gordura na validação cruzada foi de 30% no músculo suíno intacto e 87% no músculo homogeneizado. Para a umidade esses autores registraram acurácia de 66% no músculo intacto e 90% no músculo homogeneizado. Mesmo havendo diferenças significativas na acurácia dos modelos preditivos das amostras moídas e intactas, a acurácia dos modelos encontrada por esses pesquisadores para a carne intacta foi muito superior ao registrado neste trabalho, que obteve uma acurácia de 11% para prever a gordura e 31% para umidade na validação cruzada.

Outro estudo com resultados superiores aos nossos foi realizado por Chan *et al.* (2002) que testaram a Vis/NIRS como método não destrutivo, ou seja, em amostras intactas, para prever características qualitativas de 411 lombos suínos. Os pesquisadores encontraram  $R^2$  de 0,80 e 0,76 para MS e EE, respectivamente na calibração e  $R^2$  de 0,69 e 0,61 para MS e EE, respectivamente na validação com banco de dados externo a calibração.

Com relação aos resultados encontrados nesse trabalho para a PB e a MM, a Vis/NIRS, mais uma vez, gerou modelos com baixa acurácia para prever as características em amostras de carne suína. A pesquisa realizada por Chan *et al.* (2002)

empregou Vis/NIRS para analisar carne suína intacta e gerou modelos com  $R^2_c$  de 0,69 e  $R^2_{vc}$  de 0,70 para predição da PB. Esses resultados são muitos superiores ao registrado em nossa pesquisa que gerou um modelo cujo  $R^2$  foi 0,39 na calibração caindo 0,21 na validação cruzada.

O trabalho de Zamora-Rojas *et al.* (2011) gerou modelos onde a NIRS foi capaz de predizer PB da carne moída de suínos Ibéricos com acurácia na validação cruzada de 90% com erro padrão da calibração de 0,52%. Nesse mesmo trabalho, os autores encontraram acurácia de 97% (erro padrão da calibração de 0,35%) para MS e 99% (erro padrão da calibração de 0,46%) para EE.

Até o momento não foram encontrados trabalhos na literatura que utilizaram NIRS ou Vis/NIRS para predição de MM em carne suína. McDevitt *et al.* (2005) utilizaram a Vis/NIRS para predizer MM em carcaças de frangos moídos inteiros e o modelo preditivo obteve  $R^2$  de 0,71 na calibração, ou seja, muito superior ao registrado em nossa pesquisa. Entretanto, no trabalho de Prieto *et al.* (2006) com carne bovina homogeneizada, a NIRS gerou um modelo com  $R^2$  de 0,17 na calibração, resultado inferior ao registrado no nosso trabalho.

O baixo poder de predição da Vis/NIRS em para estimar a composição química da carne suína inteira verificada neste trabalho pode estar relacionado à forma com que a cadeia suinícola trabalha nos dias de hoje. A seleção de linhagens genéticas somada à necessidade de elevada padronização tanto do sistema produtivo (alimentação, uniformização de lotes) quanto do produto final (idade e peso ao abate, espessura de gordura subcutânea) tornam os animais extremamente homogêneos, o que prejudica a variabilidade das amostras, conseqüentemente, a construção de bons modelos preditivos.

### **3.4 Conclusão**

Os resultados obtidos neste trabalho indicam que a Vis/NIRS teve baixa capacidade preditiva da composição química da carne suína intacta. No entanto, recomenda-se a realização de trabalhos adicionais, utilizando um maior número de animais com maior variação na composição corporal.

## Capítulo 4

### Uso da espectroscopia Vis/NIR para prever características tecnológicas do músculo *Longissimus dorsi* de suínos

Este capítulo foi elaborado com o objetivo de avaliar o potencial da Vis/NIRS em prever os características tecnológicas da carne suína, nomeadamente o pH às 2 e 24 horas após o abate (pH2 e pH24), cor (CIELab – L\*, a\* e b\*), força de cisalhamento (FC) e perda por cocção (PC). Para isso foram coletados espectros do músculo *Longissimus dorsi* de 134 suínos, bem como amostras para as análises de referência. Os modelos de predição desenvolvidos foram baseados em PCA e PLSR. Os resultados sugerem que a NIRS possui reduzida capacidade preditiva para pH2, FC e PC, moderada a boa capacidade preditiva para L\*, a\* e b\* e pH24, mas seu grande potencial está na capacidade de classificar corretamente o lombo suíno em classes de maciez.

#### 4.1 Introdução

A qualidade da carne suína depende do metabolismo muscular desde o animal vivo (influenciado por condições de manejo na granja: seleção genética, alimentação), manejo pré-abate (transporte, insensibilização), transformações no processo de conversão do músculo em carne (metabolismo *post mortem*) e condições de processamento e resfriamento das carcaças (Kapper *et al.*, 2012a).

Vários trabalhos relatam a importância de um rigoroso controle de qualidade sobre a carne fornecida aos mercados visando, principalmente, garantir a segurança dos consumidores. Adicionalmente, pesquisas têm demonstrado que alguns consumidores estão dispostos a pagar preços mais elevados para as carnes com garantia adicional de qualidade (Leroy *et al.* 2003; Ballin, 2010; Cai *et al.*, 2011).

Fatores como cor, pH, capacidade de retenção de água, maciez e frescor são características de maior importância na avaliação da qualidade da carne suína (Barlocco, 2006; Cai *et al.*, 2011). Tais características apresentam maior ou menor influência na capacidade de processamento tecnológico da carne (Andrés *et al.*, 2008) e a indústria processadora da carne suína necessita de meios para abastecer os mercados com

produtos de alta qualidade (Geesink *et al.*, 2003; Barlocco *et al.*, 2006; Savenije *et al.*, 2006; Kapper *et al.*, 2012b).

Segundo Van Oeckel *et al.* (1999) a cor é uma das características mais importantes para a decisão de compra da carne suína fresca pelo consumidor. Com relação ao pH da carne suína, esta característica é utilizada para estimar a qualidade, uma vez que o pH baixo está geralmente relacionado a perdas durante o processamento e o pH elevado a uma curta vida de prateleira, mas também, a uma maior palatabilidade (Chan *et al.*, 2002).

A espectroscopia tanto na região do visível quanto no infravermelho próximo (Vis/NIRS) tem se mostrado uma técnica analítica mais atrativa para medir características de qualidade em alimentos e produtos agrícolas. Isso porque ela permite a determinação simultânea de várias características de qualidade, tem capacidade de substituir as técnicas de referência que são mais caras e mais lentas, não necessita de preparação da amostra e requer mínima análise de dados, além da crescente diminuição no custo dos equipamentos (Prevolnik *et al.*, 2004; Prieto *et al.*, 2009a; Lin *et al.*, 2009, Cai *et al.*, 2011; Barbin *et al.*, 2012).

Dessa forma, o presente trabalho foi desenvolvido com o objetivo de avaliar a eficiência da Vis/NIRS em prever características tecnológicas da carne suína em amostras intactas do músculo *Longissimus dorsi*.

## **4.2 Material e métodos**

O presente trabalho foi conduzido no Departamento de Zootecnia da Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos (FZEA) da Universidade de São Paulo (USP), em Pirassununga, São Paulo, Brasil.

Foram avaliadas amostras do músculo *Longissimus dorsi* de 134 suínos, pertencentes à suinocultura experimental da USP. Os animais foram abatidos no Abatedouro Escola da USP, de acordo com procedimentos humanitários, conforme requerido pela legislação brasileira.

## 4.2.1 Amostragem e preparação da amostra

O abate ocorreu em quatro lotes de 30, 37, 42 e 25 animais, em quatro diferentes dias, conforme Tabela 1 (apresentada no Capítulo 3). Após o abate as carcaças dos animais foram identificadas individualmente e resfriadas por 24 horas entre 0 e 5 °C.

Passadas 24 horas, duas amostra do músculo *L. dorsi* da meia carcaça esquerda de cada animal foi retirada na região da 10<sup>a</sup> e 11<sup>a</sup> costelas. As amostras foram transportadas para o Laboratório de Avaliação Animal e Qualidade da Carne (LAAQC) dentro de até uma hora. No laboratório, cada amostra deu origem a 2 subamostras com aproximadamente 2,54 cm de espessura.

## 4.2.2 Análise dos parâmetros tecnológicos

### 4.2.2.1 pH

A mensuração do pH (Figura 8) foi realizada na carcaça dos animais a 2 (pH2) e 24 horas (pH24) após a sangria e utilizando o pHmetro modelo AK86 (AKSO), de acordo com a metodologia descrita por Kapper *et al.* (2012a).



**Figura 8: Aferição de pH e temperatura em carcaça suína.**

#### **4.2.2.2 Cor ( $L^*$ , $a^*$ , $b^*$ )**

A leitura da cor foi realizada na mesma subamostra e face utilizada para a coleta dos espectros, como descrito no item 3.2.3 do Capítulo 3. As subamostras frescas foram mantidas expostas ao ambiente por um período de 20 minutos após o corte. Em seguida foi realizada uma avaliação objetiva da cor da carne, utilizando um espectrofotômetro portátil, modelo CM2500d (Konica Minolta Sensing Inc.), com fonte de luz D65, ângulo de observação de  $10^\circ$  e abertura da célula de medida de 30 mm, usando-se a escala  $L^*$ ,  $a^*$ ,  $b^*$  do sistema CIE Lab.

#### **4.2.2.3 Força de cisalhamento**

A força de cisalhamento (FC) foi realizada após a coleta dos espectros (descrita no item 3.2.3 do Capítulo 3), sendo avaliada seguindo a metodologia adotada por Shackelford *et al.* (2004). As subamostras, correspondentes à 10<sup>a</sup> e a 11<sup>a</sup> costelas, foram cozidas em forno elétrico até atingir a temperatura interna de  $40^\circ\text{C}$ , quando as amostras foram viradas mantidas no forno até atingirem a temperatura final de  $71^\circ\text{C}$ . Em seguida as amostras foram mantidas em temperatura ambiente ( $23^\circ\text{C}$ ) e posteriormente embaladas em filme plástico e mantidas em geladeira ( $5-8^\circ\text{C}$ ) durante a noite. No dia seguinte, de cada subamostra foram retirados quatro cilindros de 1,27 cm de diâmetro, com auxílio de uma furadeira elétrica modelo Ferrari FG-13, constituindo assim, um total de oito cilindros.

Para a determinação da força de cisalhamento foi utilizado um aparelho tipo *Warner Bratzler Shear Force* (WBSF; Figura 9). O valor de maciez de cada amostra foi representado pela média aritmética dos valores de força de cisalhamento obtidos nos oito cilindros.



**Figura 9: Equipamento *Warner Bratzler Shear Force* utilizado para força de cisalhamento.**

#### **4.2.2.4 Perda por cocção**

A análise de perda por cocção (PC) foi realizada seguindo a metodologia aplicada por Honikel (1998). O peso das subamostras frescas, antes do cozimento em forno (descrito anteriormente) constituiu o peso inicial. Depois de cozidas e resfriadas, as subamostras foram novamente pesadas (peso final; Figura 10). A perda por cocção foi expressa em porcentagem do peso inicial das amostras.



**Figura 10: Subamostras antes e depois do cozimento em forno.**

### **4.2.3 Espectroscopia na região do visível e infravermelho próximo (Vis/NIRS)**

A análise de Vis/NIRS decorreu exatamente como descrita no item 3.2.3 do Capítulo 3 deste documento.

### **4.2.4 Análise estatística**

A análise estatística decorreu exatamente como descrita no item 3.2.4 do Capítulo 3 deste documento. Cada espectro gerou 204 pontos de dados que foram considerados como variáveis independentes e as características de pH<sub>2</sub>, pH<sub>24</sub>, L\*, a\*, b\*, FC e PC como variáveis dependentes.

A habilidade da Vis/NIRS classificar corretamente a carne suína em classes de maciez foi testada utilizando os valores predito gerados pelo modelo de calibração e os valores reais de referência. Os resultados estão expressos em porcentagem de amostras corretamente classificadas como macias (sempre que  $FC < 45N$ ) ou duras (sempre que  $FC \geq 45$ ).

## **4.3 Resultados e discussão**

### **4.3.1 Análise exploratória dos dados e dos espectros**

Os dados da estatística descritiva das características tecnológicas da carne suína encontram-se na Tabela 4. Os valores de pH, L\* e PC estão em acordo com os resultados encontrados por Van de Perre *et al.* (2010) e Barbin *et al.* (2012).

**Tabela 4: Estatística descritiva das variáveis dependentes (parâmetros tecnológicos).**

Características	pH2	pH24	L*	a*	b*	FC (N/cm)	PC (%)
Média	5,58	5,54	51,47	1,44	11,18	41,05	26,18
Máx	6,90	6,27	63,35	4,67	15,82	62,03	43,68
Mín	5,09	5,12	38,60	-1,78	6,59	25,87	14,02
Varição	1,81	1,15	24,75	6,45	9,23	36,16	29,66
DP	0,37	0,23	4,71	1,33	2,28	6,83	3,83
Variancia	0,14	0,05	22,20	1,77	5,22	46,59	14,67
RMS	5,59	5,54	51,68	1,95	11,41	41,61	26,46
Mediana	5,45	5,55	51,41	1,30	11,23	40,45	26,05

DP = Desvio Padrão; RMS = *Root Mean Square* (Raiz Média Quadrática); pH2 = pH obtido 2 horas após o abate; pH24 = pH obtido 24 horas após o abate; L\*, a\* e b\* = escala de cores do sistemas CieLab; FC = Força de Cisalhamento; PC = Perda por Cocção.

Os valores de b\* são próximos aos encontrados por Van Oeckel & Warnants (2003) (b\* = 14,2), mas são superiores aos registrados por Barbin *et al.* (2012) (b\* = 3,9). Em relação ao valor de a\*, este foi inferior ao registrado na literatura, onde os autores Van Oeckel & Warnants (2003), Savenije *et al.* (2006) e Barbin *et al.* (2012) encontraram valor de b\* de 8,3, 15,4 e 5,8, respectivamente.

O valor da FC foi inferior ao registrado por Chan *et al.* (2002) - 50,98 N, mas superiores ao encontrado por Van de Perre *et al.* (2010) - 31,68 N. Apesar de diferente do citado na literatura o valor de FC encontrado neste trabalho está coerente, uma vez que a variação e o desvio padrão estão de acordo com o registrado por outros pesquisadores como Chan *et al.* (2002), Geesink *et al.* (2003) e Barlocco *et al.* (2006).

Foram selecionados os modelos que apresentaram maiores valores de R<sup>2</sup> e menores valores para o erro quadrático médio (EQM) na calibração e validação (Tabela 5).

### 4.3.2 Calibração, validação e predição

A eficiência dos modelos de calibração, validação cruzada e predição das características tecnológicas da carne suína encontrados neste trabalho pode ser visualizada na Tabela 5.

**Tabela 5: Predição dos parâmetros tecnológicos a partir de espectros coletados 24 horas após o abate.**

Características	Pré - tratamento	n <sub>c</sub>	F	R <sup>2</sup> <sub>c</sub>	EQM <sub>C</sub>	R <sup>2</sup> <sub>vc</sub>	EQM <sub>VC</sub>	R <sup>2</sup> <sub>p</sub>	EQM <sub>P</sub>
pH2	1D	83	3	0,39	0,28	0,12	0,34	0,34	0,32
pH24	MSC + 1D	83	5	0,81	0,10	0,56	0,16	0,45	0,15
L*	1D	83	6	0,83	1,86	0,50	3,20	0,70	2,75
a*	MSC	83	2	0,75	0,69	0,72	0,72	0,68	0,70
b*	MSC	83	4	0,73	1,13	0,63	1,35	0,64	1,44
FC	MSC + 1D	83	2	0,34	5,39	0,14	3,20	0,21	6,27
PC	2D	83	1	0,13	3,01	0,04	3,23	0,15	4,23

pH2 = pH obtido 2 horas após o abate; pH24 = pH obtido 24 horas após o abate; L\*, a\* e b\* = escala de cores do sistemas CieLab; FC = Força de Cisalhamento; PC = Perda por Cocção; 1D = 1ª Derivativa de ordem 2; MSC + 1D = *Multiple Scatter Correction* + 1ª Derivativa de ordem 2; MSC = *Multiple Scatter Correction*; 2D = 2ª Derivativa de ordem 2; n<sub>c</sub> = número de amostras utilizadas no modelo de calibração; F = número de fatores na equação; R<sup>2</sup><sub>c</sub> = coeficiente de determinação da calibração; EQM<sub>C</sub> = erro quadrático médio da calibração; R<sup>2</sup><sub>vc</sub> = coeficiente de determinação da validação cruzada; EQM<sub>VC</sub> = erro quadrático médio da validação cruzada; R<sup>2</sup><sub>p</sub> = coeficiente de determinação da predição; EQM<sub>P</sub> = erro quadrático médio da predição.

A predição de característica de qualidade como pH24 e L\* é de grande importância para a indústria, pois valores baixos de pH associados a um L\* elevado são indicadores de carne PSE (pálida, mole e exudativa), um ‘defeito’ que pode trazer muitos prejuízos durante o processamento industrial. Tanto uma carne PSE quanto DFD (dura, firme e escura – pH elevado e L\* baixo) tem sua aparência modificada e a aparência é um dos principais fatores na decisão de compra pelo consumidor, sendo assim o controle desses fatores é muito importante para qualidade da carne e produtos cárneos.

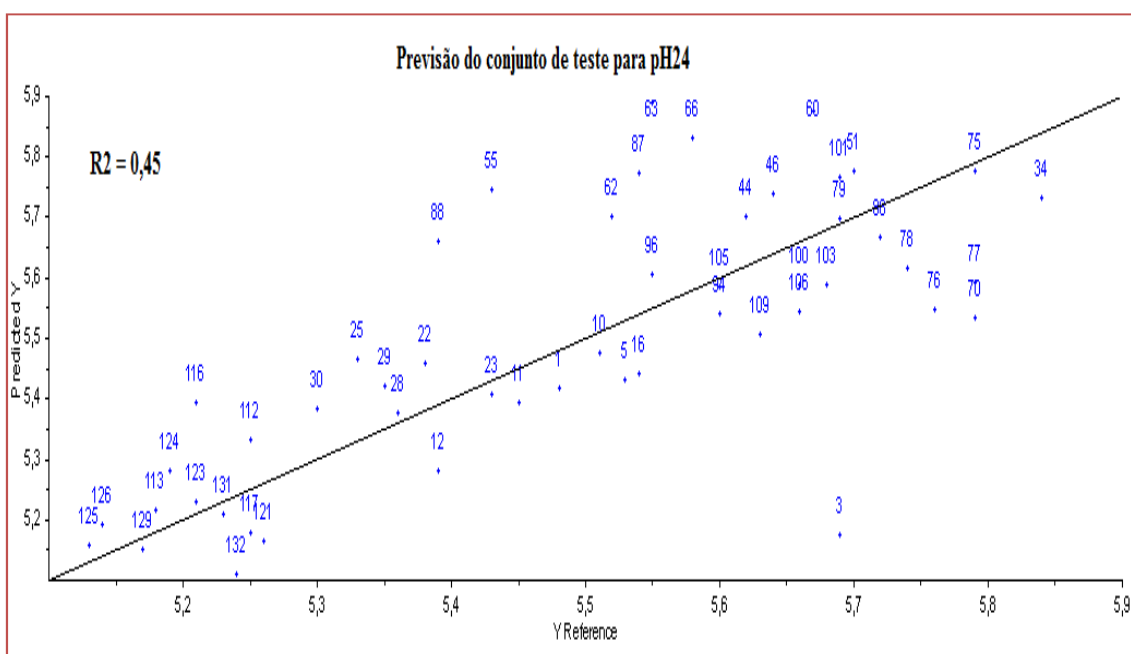
Os modelos de calibração construídos com a Vis/NIRS neste trabalho apresentaram boa acurácia (R<sup>2</sup><sub>c</sub>) para o pH24 e características de cor (L\*, a\*, b\*) e baixo erro associado às estimativas. O valor de R<sup>2</sup><sub>c</sub> para pH24 apresentou-se consideravelmente superior ao registrado em outros trabalhos que utilizaram a NIRS para prever pH da carne suína: Andersen *et al.* (1999) - R<sup>2</sup><sub>c</sub> = 0,59 a 0,62; Josell *et al.* (2000) - R<sup>2</sup><sub>c</sub> = 0,33; Chan *et al.* (2002) - R<sup>2</sup><sub>c</sub> = 0,29; Meulemans *et al.* (2003) - R<sup>2</sup><sub>c</sub> = 0,12; Candek-Potokar *et al.* (2006) – 0,59 a 0,64; e Kapper *et al.* (2012a) - R<sup>2</sup><sub>c</sub> = 0,39.

Com relação à cor, os resultados encontrados neste trabalho estão de acordo ou ligeiramente superiores ao apontado pela literatura: Cozzolino *et al.* (2003) encontraram  $R^2_c$  de 0,15 a 0,30 para  $L^*$ , 0,67 a 0,93 para  $a^*$  e 0,20 a 0,60 para  $b^*$ ; já o trabalho de Savenije *et al.* (2006) apresentou  $R^2_c$  de 0,72 a 0,79 para  $L^*$ , 0,58 a 0,77 para  $a^*$  e 0,45 a 0,71 para  $b^*$ ; Kapper *et al.* (2012a) encontraram  $R^2_c$  de 0,76 para  $L^*$ , 0,54 para  $a^*$  e 0,48 para  $b^*$ .

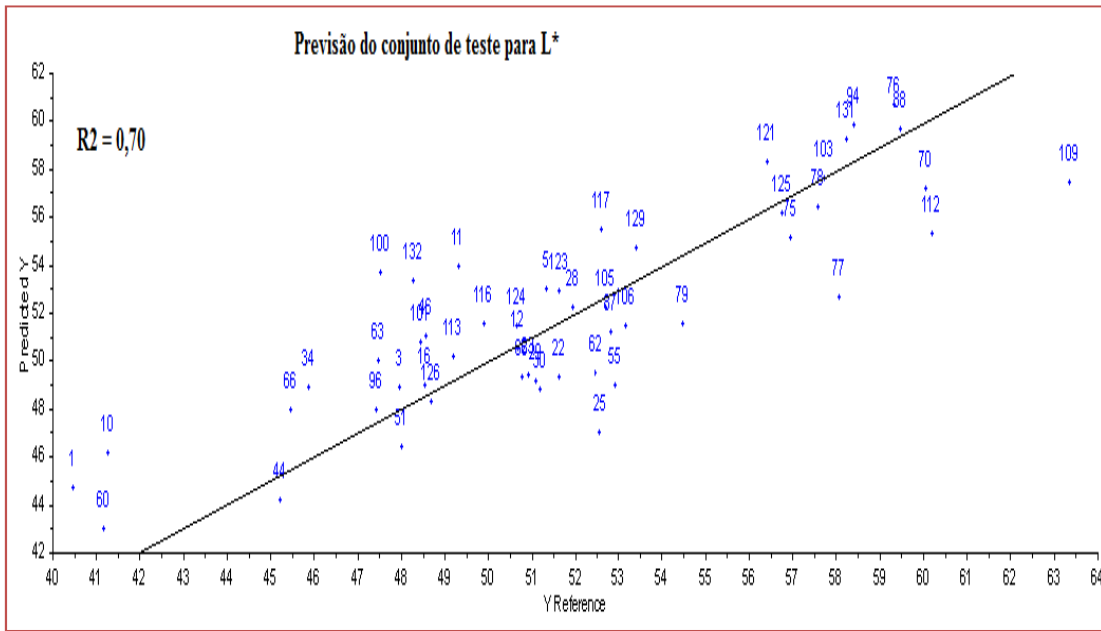
O gráfico de dispersão entre os valores preditos e de referência, gerados no teste de predição realizado com os 40% do banco deixados de fora da calibração e validação cruzada ( $n = 51$ ), para pH24,  $L^*$ ,  $a^*$  e  $b^*$  estão apresentados nas Figuras 11, 12, 13 e 14, respectivamente.

A acurácia do modelo gerado neste trabalho foi superior ao relatado na literatura (Figura 11). Chan *et al.* (2002), Kapper *et al.* (2012a) e Kapper *et al.* (2012b) avaliaram a NIRS como ferramenta de predição do pH24 em carne suína intacta e encontraram um  $R^2_p$  de 0,34, 0,36 e 0,18 - 0,40, respectivamente. Já o modelo gerado por Savenije *et al.* (2006) obteve acurácia de 40 a 71% no teste realizado com referências externas ao banco de espectros utilizados para calibração e validação cruzada.

Com relação aos valores de  $L^*$ , observou-se valores de  $R^2_p$  próximo ao registrado por Kapper *et al.* (2012b) ( $R^2_p = 0,23 - 0,70$ ), entretanto inferior ao registrado por Savenije *et al.* (2006) e Kapper *et al.* (2012a) que encontraram  $R^2_p$  de 0,62 - 0,79 e 0,74, respectivamente (Figura 12).

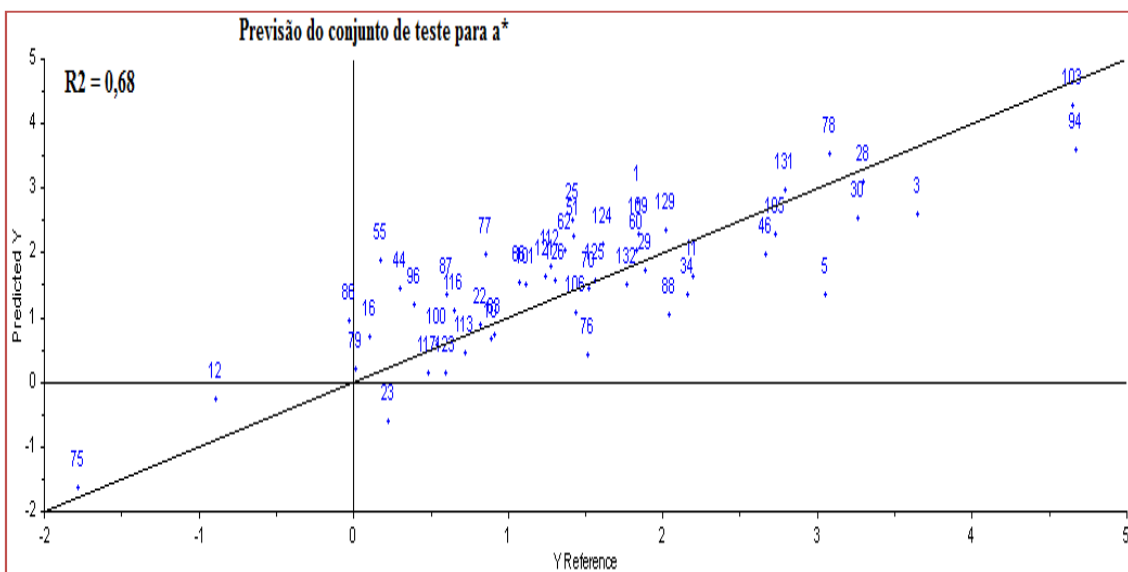


**Figura 11: Valores preditos pela espectroscopia no visível e infravermelho próximo (Vis/NIRS) e de referência do pH24. Validação externa ( $n=51$ ).**

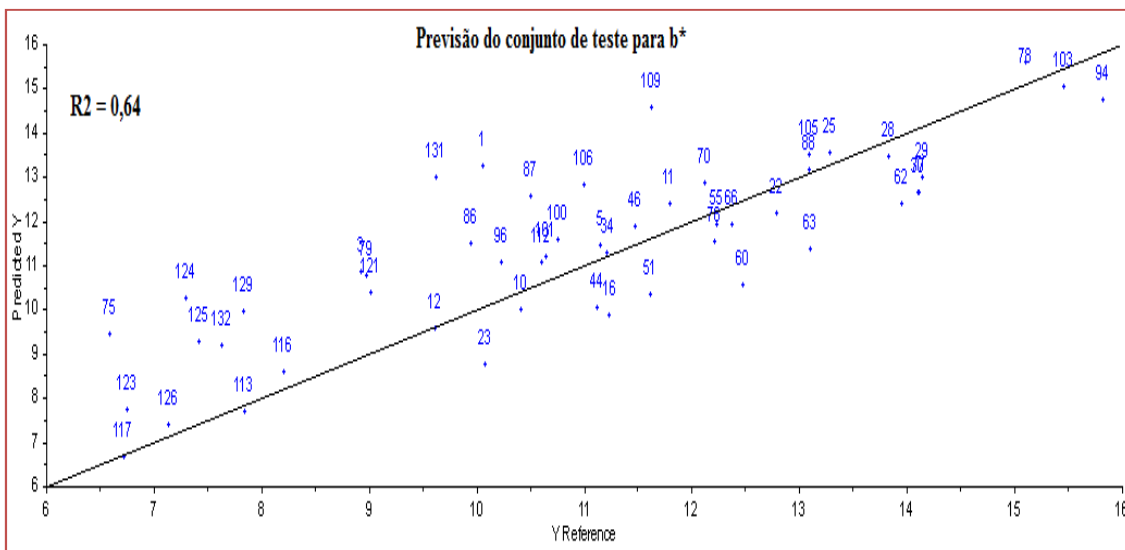


**Figura 12: Valores preditos pela espectroscopia no visível e infravermelho próximo (Vis/NIRS) e de referência do L\*. Validação externa (n=51).**

A acurácia do modelo de predição dos valores de a\* (Figura 13) neste trabalho foi superior ao encontrado na literatura (Savenije *et al.* (2006):  $R^2_p = 0,44 - 0,52$  e Kapper *et al.* (2012a): 0,51). Com relação aos valores de b\* (Figura 14) o resultado obtido foi superior ao de Kapper *et al.* (2012a) ( $R^2_p = 0,55$ ), mas inferior ao de Savenije *et al.* (2006) que encontrou  $R^2_p$  de 0,45 - 0,51.



**Figura 13: Valores preditos pela espectroscopia no visível e infravermelho próximo (Vis/NIRS) e de referência do valor a\*. Validação externa (n=51).**



**Figura 14: Valores preditos pela espectroscopia no visível e infravermelho próximo (Vis/NIRS) e de referência do valor b\*. Validação externa (n=51).**

Os modelos de predição desenvolvidos neste trabalho puderam explicar apenas pequena parte das características pH2, FC e PC ( $R^2_c = 0,39, 0,34$  e  $0,13$ , respectivamente). O baixo coeficiente de determinação encontrado para pH2 pode ser explicado pelo fato de os espectros utilizados para predição desta característica terem sido coletados cerca de 22 horas após a tomada da medida de referência. As transformações que ocorrem no músculo *post mortem* afetam a forma com que a luz é absorvida pelo mesmo. Tais transformações podem ter afetado a correlação do espectro com a medida de referência.

Com relação a PC, o valor de  $R^2_c$  foi semelhante ao encontrado por Prieto *et al.* (2008) em bovinos ( $R^2_c = 0,14$ ), entretanto inferior ao encontrado por Chan *et al.* (2002) em suínos ( $R^2_c = 0,23$ ) e Leroy *et al.* (2003) em bovinos ( $R^2_c = 0,25$  a  $0,47$ ). Uma possível justificativa para a baixa acurácia na predição da PC seria a variação limitada dos valores de referência, especialmente em carne suína o que reduz a capacidade preditiva da PC pela NIRS (Prieto *et al.*, 2009a).

Cai *et al.* (2011) apresentam valores de  $R^2$  para calibração e predição da FC de  $0,56$  e  $0,49$ , respectivamente, ou seja, superiores aos encontrados neste trabalho ( $R^2_c = 0,34$  e  $R^2_p = 0,21$ , respectivamente). Entretanto nosso trabalho apresenta valores de  $R^2_c$  superior ao relatado por Chan *et al.* (2002) para a carne suína, com  $R^2_c = 0,17$ . Além disso, este trabalho apresenta valores próximos aos descobertos por Rodbotten *et al.*

(2000) que registraram coeficientes de determinação na calibração de 0,35 para a carne bovina.

Embora os modelos gerados apresentem valores  $R^2_c$  e  $R^2_p$  coerentes aos citados na literatura, o erro associado às estimativas foi consideravelmente elevado, o que diminui a acurácia da técnica para prever valores exatos de FC, indicando que o modelo gerado ainda é fraco para ser aplicado na indústria.

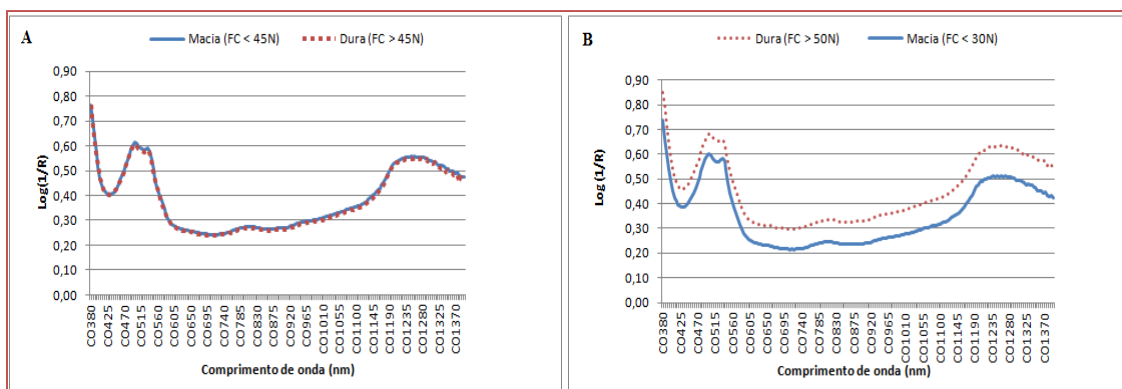
Apesar de prever a FC com confiança moderada a baixa (abaixo de 60% - resultados da literatura), diversos autores destacam a habilidade da NIRS como ferramenta robusta em prever classes de maciez, principalmente os extremos (Prevolnik *et al.*, 2004; Rust *et al.*, 2008; Prieto *et al.*, 2009a).

Price *et al.* (2008) concluíram que a NIRS tem limitada capacidade em diferenciar entre classes macias e intermediárias, mas quando se trata de extremos de maciez a alocação na classe correta atingiu 92,9% de acerto.

Quando observamos o comportamento dos espectros coletados em nosso trabalho distribuídos em classes de maciez (Figura 15) fica um pouco mais fácil compreender o que realmente acontece. Quando as amostras são divididas em duas classes padrão de maciez (macia:  $FC < 45 N$ ; e dura:  $FC \geq 45N$  – Figura 15A), as amostras intermediárias ficam ‘diluídas’ entre as classes e o comportamento dos espectros se torna muito parecido, o que dificulta a construção da matriz do modelo de classificação.

Porém, quando a classe intermediária é de certa forma removida e são formadas classes ditas extremas para maciez da carne (extrema macia:  $FC < 30N$ ; e extrema dura:  $FC > 50N$ ) é possível verificar diferenças na harmonia espectral (Figura 15B).

A diferença no comportamento espectral encontrado em nosso trabalho está de acordo ao registrado na literatura que afirma que carnes mais duras absorvem mais luz que carnes macias (Rodbotten *et al.*, 2000; Leroy *et al.*, 2003; Price *et al.*, 2008; Ripoll *et al.*, 2008). Bonin (2012) destaca que a identificação dessas duas classes de maciez é o que realmente importa para a indústria e, sendo assim, a NIRS torna-se uma ferramenta importante para as linhas de produção.



**Figura 15: Padrão de absorção da luz em carne suína A: Macia (FC < 45N) e Dura (FC > 45N); B: Extrema Macia (FC < 30 N) e Extrema Dura (FC > 50N). Espectros coletados 24 horas após o abate.**

A partir dos dados preditos (teste de predição com banco de dados externo) pelo modelo gerado (MSC + 1D) foi possível construir um classificador capaz de alocar as amostras de carne em duas classes de maciez: macia, sempre que  $FC < 45N$ ; e dura, sempre que  $FC \geq 45 N$ . A matriz de confusão gerada, bem como a precisão, cobertura e medida F do classificador estão apresentadas nas tabelas 6 e 7, respectivamente.

**Tabela 6: Matriz de confusão do classificador.**

		Predito	
		macia	dura
Referência	macia	36	2
	dura	8	4

**Tabela 7: Precisão, cobertura e medida F do classificador.<sup>2</sup>**

	Precisão ( <i>precision</i> )	Cobertura ( <i>recall</i> )	Medida F ( <i>F-Measure</i> )
Macia	82%	95%	88%
Dura	67%	33%	44%

<sup>2</sup> *Precision* (também chamado valor preditivo positivo) é a fração de instâncias recuperadas que são relevantes, enquanto *recall* (também conhecido como a sensibilidade) é a fração de casos relevantes que são recuperados. Sendo assim, um *recall* elevado significa que o algoritmo retornou a maioria dos resultados relevantes, enquanto que a *precision* elevada, significa que o algoritmo retornou os resultados substancialmente mais relevantes do que os irrelevantes. O *F-measure* é a média harmônica entre *precision* e *recall*.

Nesse estudo a Vis/NIRS produziu um classificador capaz de acertar 80% (acurácia) da alocação das amostras de carne suína nas classes macia e dura. Entretanto para classificar amostras como macia, o classificador apresenta taxa 95% de acerto. Nosso resultado está muito próximo ao citado na literatura.

A revisão da literatura de Prieto *et al.* (2009a) apresenta que a NIRS é ferramenta poderosa para categorização de carnes e produtos cárneos em classes de qualidade com as porcentagens de acerto dos classificadores variando de 80% a 100% na maioria dos casos.

Rodbotten *et al.* (2001) categorizaram carne bovina de acordo com os valores de FC (WBSF) e obtiveram porcentagens de acerto entre 63% e 98%. Liu *et al.* (2003) classificaram a carne bovina entre macia e dura utilizando modelos com 83 a 96% de acerto.

Mais recentemente, Bonin (2012) relatou sucesso com 93,3% de acerto ao classificar amostras de carne bovina fresca entre macia e dura, e 96,6% de acerto na classificação de carne bovina maturada por sete dias.

Um classificador capaz de agrupar lombos suínos de maciez elevada com 95% de acerto é de grande importância para a indústria, uma vez que permite a criação de uma linha de produtos diferenciados, com padrão de qualidade elevado e alto valor agregado.

#### **4.4 Conclusão**

Os resultados obtidos neste trabalho demonstram que a Vis/NIRS pode ser utilizada como uma ferramenta para diferenciar amostras de carnes suínas de acordo com classes de maciez com alta acurácia. No entanto, essa ferramenta não é eficiente para estimar valores absolutos de FC e PC.

## **Conclusão geral**

Trabalhos publicados recentemente apresentam uma melhora na capacidade preditiva dos modelos matemáticos baseado na NIRS revelando o potencial dessa tecnologia para substituir os tradicionais métodos analíticos em carne e produtos cárneos.

Neste trabalho, a Vis/NIRS apresentou grande potencial para predizer pH 24 horas e cor (CIELab), uma vez que a acurácia dos modelos de calibração variou de 73% a 83% para essas características. Além disso, a Vis/NIRS foi capaz de alocar lombos suínos em categoria de maciez garantida com 95% de acerto.

Contudo, os modelos de predição baseados em Vis/NIRS apresentaram baixa capacidade preditiva para pH após 2 horas, perda por cocção e força de cisalhamento e composição química da carne suína intacta. Sendo assim, recomenda-se a realização de trabalhos adicionais, utilizando um maior número de animais e/ou diferentes grupos musculares visando à obtenção de amostras com maior variabilidade para cada uma das características.



## Referências

- Abeni, F. & Bergoglio, G. (2001). Characterization of different strains of broiler chicken by carcass measurements, chemical and physical parameters and NIRS on breast muscle. *Meat Science*, 57, 133–137.
- Alishahi, A., Farahmand, H., Prieto, N. & Cozzolino, D. (2010). Identification of transgenic foods using NIR spectroscopy: a review. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 751(1), 1–7.
- Al-Jowder, O., Kemsley, E.K. & Wilson, R.H. (1997). Mid-infrared spectroscopy and authenticity problems in selected meats: a feasibility study. *Food Chemistry*, 59, 195–201.
- Andersen, J. R., Borggaard, C., Rasmussen, A. J. & Houmüller, L. P. (1999). Optical measurements of pH in meat. *Meat Science*, 53, 135 – 141.
- Andrés, S., Murray, I., Navajas, E., Fisher, A., Lambe, N. & Bünger, L. (2007). “Prediction of sensory characteristics of lamb meat samples by near infrared reflectance spectroscopy”, *Meat science*, 76, 509–516.
- Andrés, S., Silva, A., Soares-Pereira, A. L., Martins, C., Bruno-Soares, A. M., & Murray, I. (2008). The use of visible and near infrared reflectance spectroscopy to predict beef M. Longissimus thoracis et lumborum quality attributes. *Meat Science*, 78, 217–224.
- Apruzzese, F., Balke, S. T. & Diosady, L. L. (2000). In line color and composition monitoring in the extrusion cooking process. *Food Research International*, 33, 621–628.
- Associação Brasileira da Indústria Produtora e Exportadora de Carne Suína (2013). Brasil – Mercado mundial da carne suína – 2003 a 2011 [on line]. *Associação Brasileira da Indústria Produtora e Exportadora de Carne Suína (Abipecs)*. Disponível em: <<http://www.abipecs.org.br>>. Acesso em: 8 fev. 2013.
- Balheiro, J.C.C.; Corte, R. R. P. S.; Campos, N. L.; Carita, A.L.G.; Gomes, R.C.; SILVA, S. L. (2010). Near-infrared (NIR) reflectance spectroscopy for evaluation of beef tenderness in Nellore cattle. In: XXVI World Buiatrics Congress, 2010, Santiago. Proceedings of XXVI World Buiatrics Congress. Santiago.
- Ballin, N. (2010). Authentication of meat and meat products, *Meat science*, 86, 577–587.
- Ballin, N. Z. & Lametsch, R. (2008). Analytical methods for authentication of fresh vs. thawed meat - a review, *Meat Science*, 80 (2), 151-158.

- Barbin, D. F., El Masry, G., Sun, D.-W. & Allen, P. (2012). Predicting quality and sensory attributes of pork using near-infrared hyperspectral imaging. *Analytica chimica acta*, 719, 30 – 42.
- Barlocco, N., Vadell, A., Ballesteros, F., Galiotta, G. & Cozzolino, D. (2006). Predicting intramuscular fat, moisture and Warner-Bratzler shear force in pork muscle using near infrared reflectance spectroscopy. *Animal Science*, 82, 111 – 116.
- Berenchtein, B. (2012). *Avaliação do farelo de pinhão manso (*Jatropha curcas* L.) detoxicado na dieta de suínos*. Tese de Doutorado. Centro de Energia Nuclear na Agricultura. Universidade de São Paulo. Piracicaba - SP.
- Berzaghi, P., Zotte, A. D., Jansson, L. & Andrighetto, I. (2005). Near infrared reflectance spectroscopy as a method to predict chemical composition of breast meat and discriminate between different n3 feeding sources. *Poultry science*, 84, 128–136.
- Berzaghi, P., Segato, S., Cozzi, G., & Andrighetto, I. (2006). Mid and near infrared spectroscopy to identify illegal treatments in beef cattle. *Veterinary Research Communications*. 30, 109–112.
- Bezerra, R. T. R. (2009). *Espectroscopia de infravermelho próximo na determinação da composição, perdas por cocção e força de cisalhamento de carne bovina congelada a -20 e a -40 °C*. Tese de Doutorado em Ciência Animal Escola de Veterinária da Universidade Federal de Goiás. Goiania, Goiás.
- Bonin, M. N. (2012). *Avaliação de características de desempenho e qualidade de carne em linhagens e touros representativos da raça Nelore utilizando ultrassonografia, análise de imagens e NIRS*. Tese de Doutorado em Qualidade e Produtividade Animal. Universidade de São Paulo. Pirassununga, São Paulo.
- Bonneau, M. & Lebret, B., (2010). Production systems and influence on eating quality of pork. *Meat science*, 84 (2), 293 – 300.
- Brondum, J., Munck, L., Henckel, P., Karlsson, A., Tornberg, E. & Engelsen, S. B. (2000). Prediction of water-holding capacity and composition of porcine meat by comparative spectroscopy. *Meat Science*, 55, 177–185.
- Cai, J., Chen, Q., Wan, X., Zhao, J. (2011). Determination of total volatile basic nitrogen (TVB-N) content and Warner–Bratzler shear force (WBSF) in pork using Fourier transform near infrared (FT-NIR) spectroscopy. *Food Chemistry*, 126, 1354–1360.
- Candek-Potokar, M., Prevolnik, M. & Skrlep, M. (2006). Ability of near infrared spectroscopy to predict pork technological traits. *Journal of Near Infrared Spectroscopy*. 14 (26), 269 – 277.
- Campestrini, E. (2005). Utilização de Equipamento NIRS (Near Infrared Reflectance Spectroscopy) nos Estudos de Valores Nutricionais (Composição Química e

Digestibilidade) de Alimentos para não Ruminantes. *Revista Eletrônica Nutritime*, 2 (5), 240–251.

- Chan, D. E., Walker, P. N. & Mills, E. W. (2002). Prediction of pork quality characteristics using visible and near-infrared spectroscopy. *American Society of Agricultural Engineers*, 45, 1519–1527.
- Cen, H. & He, Y. (2007). Theory and application of near infrared reflectance spectroscopy in determination of food quality. *Trends in Food Science & Technology*, 18, 72-83.
- Cozzolino, D., Barlocco, N., Vadell, A., Ballesteros, A., & Gallieta, G. (2003). The use of visible and near-infrared reflectance spectroscopy to predict colour on both intact and homogenised pork muscle. *Lebensmittel-Wissenschaft und Technologie*, 36, 195–202.
- Cozzolino, D., Martins, V. & Murray, I. (2002a). Visible and near infrared spectroscopy of beef *Longissimus dorsi* muscle as a means of discriminating between pasture and corn silage feeding regimes, *Journal of Near Infrared Spectroscopy*, 10, 187–193.
- Cozzolino, D., Mattos, D. D. & Martins, V. (2002b). Visible/near infrared reflectance spectroscopy for predicting composition and tracing system of production of beef muscle, *Animal Science*, 74, 477–484.
- Cozzolino, D. & Murray, I. (2004). Identification of animal meat muscles by visible and near infrared reflectance spectroscopy. *Lebensmittel-Wissenschaft und Technologie*, 37, 447–452.
- Cozzolino, D. & Murray I. (2002). Effect of sample presentation and animal muscle species on the analysis of meat by near infrared reflectance spectroscopy. *Journal of Near Infrared Spectroscopy*, 10, 37–44.
- Destefanis, G., Barge, M., Brugiapaglia, A. & Tassone, S. (2000). The use of principal component analysis (PCA) to characterize beef. *Meat Science*, 56, 255–259.
- Ding, H. B. & Xu, R. J. (2000). Near infrared spectroscopic technique for detection of beef hamburger adulteration. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 48, 2193–2198.
- Ding, H., Xu, R. J. & Chan, D. K. O. (1999). Identification of broiler chicken meat using a visible/near-infrared spectroscopic technique. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 79, 1382–1388.
- Dufour, E. (2009). Principles of Infrared Spectroscopy. In: D.W. Sun (ed.), *Infrared Spectroscopy for Food Quality Analysis and Control* (pp. 3 – 27), New York: Academic Press – Elsevier Inc.

- Felício, P.E. (1998) In: Simpósio sobre Produção Intensiva de Gado de Corte, Campinas. Anais. São Paulo: Colégio Brasileiro de nutrição Animal (CBNA), 1998, 92-99.
- Fumière, O., Sinnaeve, G. & Dardenne, P. (2000). Attempted authentication of cut pieces of chicken meat from certified production using near infrared spectroscopy. *Journal of Near Infrared Spectroscopy*, 8, 27–34.
- Gaitán-Jurado, A. J., Ortiz-Somovilla, V., España-España, F., Perez-Aparicio, J. & De Pedro-Sanz, E. J. (2008). Quantitative analysis of pork dry-cured sausages to quality control by NIR spectroscopy. *Meat Science*, 78, 391–399.
- Geesink, G.H., Schreutelkamp, F.H., Frankhuizen, R., Vedder, H.W., Faber, N.M., Kranen, R.W., et al. (2003). Prediction of pork quality attributes from near infrared reflectance spectra. *Meat Science*, 65, 661–668.
- Hammersley, M. J. & Townsend, P. E. (1994). Exploiting the shorter wavelengths: wool measurement including colour. In: G. D. Batten, P. C. Flinn, L. A. Welsh, & A. B. Blakeney (Eds.), *Leaping ahead with near infrared spectroscopy*. Victoria, Australia. 465–469.
- Hart J. R., Norris, K. H., Golumbic, C. (1962). Determination of the moisture content of seeds by near infrared spectrophotometry of their methanol extracts. *Cereal Chemistry*, 39, 94 – 99.
- Hervás, C., Garrido, A., Lucena, B., Garcia, N. & Pedro, E. D. (1994). Near infrared spectroscopy for classification of Iberian pig carcasses using an artificial neural network. *Journal of Near Infrared Spectroscopy*, 2, 177–184.
- Honikel, K. (1998). Reference methods for the assessment of physical characteristics of meat. *Meat Science*, 49, 447–457.
- Hoving-Bolink, A.H., Vedder, H.W., Merks, J.W.M., Klein, W.J.H., Reimert, H.G.M., Frankhuizen, R., et al. (2005). Perspective of NIRS measurements early post mortem for prediction of pork quality. *Meat Science*, 69 (3), 417-423.
- Huang, Y., Cavinato, A.G., Mayes, D.S., Bledsoe, G.E. & Rasco, B.A. (2002). Nondestructive prediction of moisture and sodium chloride in cold smoked Atlantic salmon (*Salmo salar*). *Journal of Food Science*, 67, 2543 – 2547.
- Huang, Y., Cavinato, A.G., Mayes, D.S., Kangas, L.J., Bledsoe, G.E. & Rasco, B.A. (2003). Nondestructive determination of moisture and sodium chloride in cured Atlantic salmon (*Salmo salar*) (Teijin) using short-wavelength near-infrared spectroscopy (SW-NIR). *Journal of Food Science*, 68, 482 – 486.
- Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística (2012). Estatística da Produção Pecuária – Ano base 2011. *Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística – IBGE*. Disponível em: < <http://www.ibge.gov.br>>. Acesso em: 8 fev. 2013.

- Instituto Adolfo Lutz. Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz (2008a). Métodos físico-químicos para análise de alimentos. *Instituto Adolfo Lutz (IAL)*. 4ª Edição. São Paulo: IAL, 98-99.
- Instituto Adolfo Lutz. Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz (2008b). Métodos físico-químicos para análise de alimentos. *Instituto Adolfo Lutz (IAL)*. 4ª Edição. São Paulo: IAL, 123-124.
- Instituto Adolfo Lutz. Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz (2008c). Métodos físico-químicos para análise de alimentos. *Instituto Adolfo Lutz (IAL)*. 4ª Edição. São Paulo: IAL, 117-118.
- Instituto Adolfo Lutz. Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz (2008d). Métodos físico-químicos para análise de alimentos. *Instituto Adolfo Lutz (IAL)*. 4ª Edição. São Paulo: IAL, 108-109.
- Josell, A., Martinsson, L., Borggaard, C., Andersen, J. R. & Tornberg, E. (2000). Determination of RN-phenotype in pigs at slaughter-line using visual and near-infrared spectroscopy. *Meat Science*, 55, 273–278.
- Juárez, M., Clemente, I., Polvillo, O. & Molina, A. (2009). Meat quality of tenderloin from Iberian pigs as affected by breed strain and crossbreeding. *Meat Science*, 81, 573–579.
- Kapper, C., Klont, R. E., Verdonk, J., & Urlings, H. A. P. (2012a). Prediction of pork quality with near infrared spectroscopy (NIRS): 1 Feasibility and robustness of NIRS measurements at laboratory scale. *Meat Science*, 91 (3), 294–299.
- Kapper, C., Klont, R. E., Verdonk, J., Williams, P. & Urlings, H. A. P. (2012b). Prediction of pork quality with near infrared spectroscopy (NIRS) 2. feasibility and robustness of NIRS measurements under production plant conditions. *Meat Science*, 91 (3), 300–305.
- Kessler, C., Sinell, H. J., Wiegner, J. (1990). Beurteilung des Frischezustandes von Hühnereiern in Abhängigkeit von der Gewichtsklasse. *Archiv für Lebensmittelhygiene*, 41, 81 – 85.
- Leroy, B., Lambotte, S., Dotreppe, O., Lecocq, H., Istasse, L., & Clinquart, A. (2003). Prediction of technological and organoleptic properties of beef Longissimus thoracis from near-infrared reflectance and transmission spectra. *Meat Science*, 66, 45–54.
- Liao, Y., Fan, Y. & Cheng, F. (2012). On-line prediction of pH values in fresh pork using visible/near-infrared spectroscopy with wavelet de-noising and variable selection methods. *Journal of Food Engineering*. 109, 668–675.
- Lin, M., Rasco, B. A., Cavinato, A. G. & Al-Holy, M. (2009). Infrared (ir) spectroscopy – near infrared spectroscopy and mid infrared spectroscopy. In: D.W. Sun (ed.), *Infrared Spectroscopy for Food Quality Analysis and Control* (pp. 119–143), New York: Academic Press – Elsevier Inc.

- Liu, Y., Lyon, B., Windham, W., Realini, C., Pringle, T. & Duckett, S. (2003). Prediction of color, texture, and sensory characteristics of beef steaks by visible and near infrared reflectance spectroscopy: a feasibility study. *Meat Science*, 65, 1107–1115.
- Liu, Y., Lyon, B. G., Windham, W. R., Lyon, C. E. & Savage, E. M. (2004). Prediction of physical color and sensory characteristics of broiler breasts by visible/near infrared reflectance spectroscopy. *Poultry Science*, 83, 1467–1474.
- Locsmandi, L., Kövér, G., Bazar, G., Szabo, A. & Romvari, R. (2006). Development of a model using near-infrared reflectance spectroscopy for the determination of the chemical composition of fatty goose liver. *Acta Alimentaria*, 35, 455–463.
- Luchiaro Filho, A. (2006, abril). *Produção de Carne Bovina no Brasil. Qualidade, Quantidade ou Ambas? II SIMBOI - Simpósio sobre Desafios e Novas Tecnologias na Bovinocultura de Corte*, Brasília-DF.
- McCaig, T. N. (2002). Extending the use of visible/near infrared reflectance spectrophotometers to measure colour of food and agricultural products. *Food Research International*, 35, 731–736.
- McCaig, T. N., McLeod, J. G., Clarke, J. M., & DePauw, R. M. (1992) Measurement of durum pigment with a near infrared instrument operating in the visible region. *Cereal Chemistry*, 69, 671–672.
- McDevitt, R. M., Gavin, A. J., Andrés, S., & Murray, I. (2005). The ability of visible and near infrared reflectance spectroscopy (NIRS) to predict the chemical composition of ground chicken carcasses and to discriminate between carcasses from different genotypes. *Journal of Near Infrared Spectroscopy*, 13, 109–117.
- McElhinney, J., Downey, G. & Fearn, T. (1999). Chemometric processing of visible and near infrared reflectance spectra for species identification in selected raw homogenised meats. *Journal of Near Infrared Spectroscopy*, 7, 145–154.
- Meulemans, A., Dotreppe, O., Leroy, B., Istase, L. & Clinquart, A. (2003). Prediction of organoleptic and technological characteristics of pork meat by near infrared spectroscopy. *Sciences des Aliments*. 23, 159–162.
- Meullenet, J. F., Jonville, E., Grezes, D., & Owens, C. M. (2004). Prediction of the texture of cooked poultry pectoralis major muscles by near-infrared reflectance analysis of raw meat. *Journal of Texture Studies*, 35, 573–585.
- Molette, C. & Berzaghi P, Z. A. R. H. B. R. (2001). The use of near-infrared reflectance spectroscopy in the prediction of the chemical composition of goose fatty liver. *Poultry Science*, 80, 1625–1629.
- Monroy, M., Prasher, S., Ngadi, M.O., Wang, N. & Karimi, Y. (2010). Pork meat quality classification using Visible/Near-Infrared spectroscopic data. *Biosystems Engineering*, 107, 271-276.

- Murray, I., Aucott, L. S. & Pike, I. H. (2001). Use of discriminant analysis on visible and near infrared reflectance spectra to detect adulteration of fishmeal with meat and bone meal. *Journal of Near Infrared Spectroscopy*, 9, 297–311.
- Ortiz-Somovilla, V., España-España, F., De Pedro-Sanz, E. J., & Gaitán-Jurado, A. J. (2005). Meat mixture detection in Iberian pork sausages. *Meat Science*, 71, 490–497.
- Ortiz-Somovilla, V., España-España, F., Gaitán-Jurado, A. J., Perez-Aparicio, J., & De Pedro-Sanz, E. J. (2007). Proximate analysis of homogenized and minced mass of pork sausages by NIRS. *Food Chemistry*, 101, 1031–1040.
- Panero, J. S. (2007). *Determinação de proteína, óleo e umidade por espectroscopia NIR em grãos de soja do estado de Roraima*. Dissertação de Mestrado em Química. Universidade Federal de Roraima, Boa Vista/RR.
- Park, B., Chen, Y. R., Hruschka, W. R., Shackelford, S. D. & Koohmaraie, M. (1998). Near-infrared reflectance analysis for predicting beef *Longissimus* tenderness. *Journal of Animal Science*, 76, 2115–2120.
- Prevolnik, M., Candek Potokar, M. & Skorjanc, D. (2004). Ability of nir spectroscopy to predict meat chemical composition and quality - a review. *Czech Journal of Animal Science UZPI*, 49, 500–510.
- Prevolnik, M., Candek-Potokar, M., Skorjanc, D., Velikonja-Bolta, S., Skrlep, M. & Znidarsic, T., *et al.* (2005). Predicting intramuscular fat content in pork and beef by near infrared spectroscopy. *Journal of Near Infrared Spectroscopy*, 13, 77–85.
- Price, D., Hilton, G., Van Overbeke, D. & Morgan, J. (2008). Using the near-infrared system to sort various beef middle and end muscle cuts into tenderness categories. *Journal of animal science*, 86, 413–418.
- Prieto, N., Andrés, S., Giráldez, F. J., Mantecón, A. R., & Lavín, P. (2006). Potential use of near infrared reflectance spectroscopy (NIRS) for the estimation of chemical composition of oxen meat samples. *Meat Science*, 74, 487–496.
- Prieto, N., Andrés, S., Giráldez, F. J., Mantecón, A. R., & Lavín, P. (2008). Ability of near infrared reflectance spectroscopy (NIRS) to estimate physical parameters of adult steers (oxen) and young cattle meat samples. *Meat Science*, 79, 692–699.
- Prieto, N., Roehe, R., Lavín, P., Batten, G. & Andrés, S. (2009a). Application of near infrared reflectance spectroscopy to predict meat and meat products quality: A review. *Meat Science*, 83, 175 – 186.
- Prieto, N., Ross, D.W., Navajas, E.A., Nute, G.R., Richardson, R.I., Hyslop, J.J., Simm, G. & Roehe, R. (2009b). On-line application of visible and near infrared reflectance spectroscopy to predict chemical–physical and sensory characteristics of beef quality. *Meat Science*, 83, 96–103.

- Raghavachari, R. (2001). *Near-infrared Applications in Biotechnology*. New York: Marcel Dekker, Inc. 392 p.
- Ramirez, R. & Cava, R. (2007). Carcass composition and meat quality of three different Iberian x Duroc genotype pigs. *Meat Science*, 75, 388–396.
- Ramos, E. M. & Gomide, L. A. M. (2007). *Avaliação da qualidade de carnes: fundamentos e metodologias*. Viçosa: Editora UFV, 2007, 599 p.
- Rinnan, A.; Nørgaard, L.; Berg, F.; Thygesen, J.; Bro, R. & Engelsen, S. B. (2009). Data Pre-processing. Data Pre-processing. In: Sun, Da-Wen (Ed.), *Infrared Spectroscopy for Food Quality Analysis and Control* (pp. 29-50). New York: Academic Press - Elsevier.
- Ripoll, G., Albertí, P., Panea, B., Olleta, J. L. & Sañudo, C. (2008). Near-infrared reflectance spectroscopy for predicting chemical, instrumental and sensory quality of beef. *Meat Science*, 80, 697–702.
- Robert, P. & Dufour, E. (2006). Règles générales d’attribution des bandes spectrales. In: La spectroscopie infrarouge et ses applications analytique (Bertrand, D. & Dufour, E., eds). Paris: Lavoisier.
- Rodbotten, R., Mevik, B. H., & Hildrum, K. I. (2001). Prediction and classification of tenderness in beef from non-invasive diode array detected NIR spectra. *Journal of Near Infrared Spectroscopy*, 9, 199–210.
- Rodbotten, R., Nilsen, B. N. & Hildrum, K. I. (2000). Prediction of beef quality attributes from early post mortem near infrared reflectance spectra. *Food Chemistry*, 69, 427–436.
- Rubensan, J. M., Felício, P. E. E., Termignoni, C. (1998). Influência do genótipo *Bos indicus* na atividade de calpastatina e na textura da carne de novilhos abatidos no Sul do Brasil. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, 18, 405-409.
- Rust, S.R., Price, D.M., Subbiah, J., Kranzler, G., Hilton, G.G., Vanoverbeke, D.L., et al. (2008). Predicting beef tenderness using near-infrared spectroscopy. *Journal of Animal Science*, 86, 211-219.
- Savenije, B., Geesink, G. H., Van der Palen, J. G. P. & Hemke, G. (2006). Prediction of pork quality using visible/near-infrared reflectance spectroscopy. *Meat Science*, 73, 181–184.
- Shackelford, S., Wheeler, T. & Koohmaraie, M. (2004). Technical note: use of belt grill cookery and slice shear force for assessment of pork *Longissimus* tenderness. *Journal of animal science*, 82, 238–241.
- Silva, S. L., Souza, R. A., Gomes, R. C., Balieiro, J. C. C., Bonin, M. N., Alves, F. C. P. et al. (2009) Visible and near infrared spectroscopy for meat tenderness evaluation of Nellore (*Bos indicus*) cattle. In: 55th International Congress on Meat Science and Technology, Copenhagen.

- Stuart, B. (2004). *Infrared Spectroscopy: Fundamentals and Applications (Analytical Techniques in the Sciences -ANTS)*. Kent, UK: Wiley & Sons. 244 p.
- Sun, Da-Wen (2009). *Infrared Spectroscopy for Food Quality Analysis and Control*. New York: Elsevier Inc. 415 p.
- Togersen G., Arnesen J. F., Nilsen B. N. & Hildrum K. I. (2003). On-line prediction of chemical composition of semi-frozen ground beef by non-invasive NIR spectroscopy. *Meat Science*, 63, 515–523.
- Thomasson, J. A. & Shearer, S. A. (1993). Correlation of NIR data with cotton quality characteristics. *Transactions of the American Society of Agricultural Engineers*, 38, 1005–1010.
- Thyholt, K., Isaksson, T., Hildrum, K. I. & Ellekjaer, M. R. (1998). Detecting non-bovine meat in beef patties by dry extract spectroscopy by infrared reflection. a preliminary model study. *Journal of Near Infrared Spectroscopy*. 6, 361–362.
- Uddin, M., Turza, S. & Okazaki, E. (2007). Rapid determination of intact sardine fat by NIRS using surface interactance fibre probe. *International Journal of Food Engineering*, 3(6), Art . 12.
- Van de Perre, V., Ceustermans, A., Leyten, J. & Geers, R. (2010). The prevalence of PSE characteristics in pork and cooked ham--effects of season and lairage time. *Meat science*, 86, 391–397.
- Van Oeckel, M. J., Warnants, N. & Boucque, Ch.V. (1999). Pork tenderness estimation by taste panel, Warner-Bratzler shear force and on-line methods. *Meat Science*, 53 259-267.
- Van Oeckel, M. J. & Warnants, N. (2003). Variation of the sensory quality within the m. longissimus thoracis et lumborum of PSE and normal pork. *Meat science*, 63, 293–299.
- Viljoen, M., Hoffman, L. C., & Brand, T. S. (2007). Prediction of the chemical composition of mutton with near infrared reflectance spectroscopy. *Small Ruminant Research*, 69, 88–94.
- Wilson, R.H. (1994). *Spectroscopic Techniques for Food Analysis*. New York: VCH Publishers. 246 p.
- Zamora-Rojas, E. Garrido-Varo, A., de Pedro-Sanz, E., Guerrero-Ginel, J.E. & Pérez-Marín, D. (2011). Monitoring NIRS calibrations for use in routine meat analysis as part of Iberian pig-breeding programs. *Food Chemistry*, 129, 1889–1897.



## Anexo I

### 012/IV Perda por dessecação (umidade) – Secagem direta em estufa a 105°C

Todos os alimentos, qualquer que seja o método de industrialização a que tenham sido submetidos, contêm água em maior ou menor proporção. Geralmente a umidade representa a água contida no alimento, que pode ser classificada em: umidade de superfície, que refere-se à água livre ou presente na superfície externa do alimento, facilmente evaporada e umidade adsorvida, referente à água ligada, encontrada no interior do alimento, sem combinar-se quimicamente com o mesmo. A umidade corresponde à perda em peso sofrida pelo produto quando aquecido em condições nas quais a água é removida. Na realidade, não é somente a água a ser removida, mas outras substâncias que se volatilizam nessas condições. O resíduo obtido no aquecimento direto é chamado de resíduo seco. O aquecimento direto da amostra a 105°C é o processo mais usual. Amostras de alimentos que se decompõem ou iniciam transformações a esta temperatura, devem ser aquecidas em estufas a vácuo, onde se reduz a pressão e se mantém a temperatura de 70°C. Nos casos em que outras substâncias voláteis estão presentes, a determinação de umidade real deve ser feita por processo de destilação com líquidos imiscíveis. Outros processos usados são baseados em reações que se dão em presença de água. Dentre estes, o método de Karl Fischer é baseado na redução de iodo pelo dióxido de enxofre, na presença de água. Assim, a reação entre a água e a solução de dióxido de enxofre, iodo e reagente orgânico faz-se em aparelho especial que exclui a influência da umidade do ar e fornece condições para uma titulação cujo ponto final seja bem determinado. Em alimentos de composição padronizada, certas medidas físicas, como índice de refração, densidade etc., fornecem uma avaliação da umidade de modo rápido, mediante o uso de tabelas ou gráficos já estabelecidos.

#### Material

Estufa, balança analítica, dessecador com sílica gel, cápsula de porcelana ou de metal de 8,5 cm de diâmetro, pinça e espátula de metal. Procedimento— Pese de 2 a 10 g da amostra em cápsula de porcelana ou de metal, previamente tarada. Aqueça durante 3 horas. Resfrie em dessecador até a temperatura ambiente. Pese. Repita a operação de aquecimento e resfriamento até peso constante.

#### Cálculo

$$\frac{100 \times N}{P} = \text{umidade ou substâncias voláteis a } 105^\circ\text{C por cento m/m}$$

N = n° de gramas de umidade (perda de massa em g)

P = n° de gramas da amostra

**Referência bibliográfica**

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz. v. 1: Métodos químicos e físicos para análise de alimentos, 3. ed. São Paulo: IMESP, 1985. p. 21-22.

## Anexo II

### 036/IV Protídios – Método de Kjeldahl clássico

#### Material

Balança analítica, frascos de Kjeldahl de 500 a 800 mL, chapa elétrica ou manta aquecedora, balão de destilação, frasco Erlenmeyer de 500 mL, bureta de 25 mL, espátula, papel de seda, dedal e pipeta graduada de 25 mL ou pipetador automático.

#### Reagentes

- Ácido sulfúrico;
- Ácido sulfúrico 0,05 M;
- Sulfato de cobre;
- Sulfato de potássio;
- Dióxido de titânio;
- Solução fenolftaleína;
- Vermelho de metila a 1% m/v;
- Zinco em pó;
- Hidróxido de sódio a 30% m/v;
- Hidróxido de sódio 0,1 M.

**Mistura catalítica** – Dióxido de titânio anidro, sulfato de cobre anidro e sulfato de potássio anidro, na proporção 0,3:0,3:6.

**Procedimento** – Pese 1 g da amostra em papel de seda. Transfira para o balão de Kjeldahl (papel+amostra). Adicione 25 mL de ácido sulfúrico e cerca de 6 g da mistura catalítica.

Leve ao aquecimento em chapa elétrica, na capela, até a solução se tornar azul-esverdeada e livre de material não digerido (pontos pretos). Aqueça por mais uma hora. Deixe esfriar. Caso o laboratório não disponha de sistema automático de destilação, transfira quantitativamente o material do balão para o frasco de destilação. Adicione 10 gotas do indicador fenolftaleína e 1 g de zinco em pó (para ajudar a clivagem das moléculas grandes de protídios). Ligue imediatamente o balão ao conjunto de destilação. Mergulhe a extremidade afilada do refrigerante em 25 mL de ácido sulfúrico 0,05 M, contido em frasco Erlenmeyer de 500 mL com 3 gotas do indicador vermelho de metila. Adicione ao frasco que contém a amostra digerida, por meio de um funil com torneira, solução de hidróxido de sódio a 30% até garantir um ligeiro excesso de base. Aqueça à ebulição e destile até obter cerca de (250-300) mL do destilado. Titule o excesso de ácido sulfúrico 0,05 M com solução de hidróxido de sódio 0,1 M, usando vermelho de metila.

#### Cálculo

$$\frac{V \times 0,14 \times f}{P} = \text{protídios por cento m/m}$$

V = diferença entre o nº de mL de ácido sulfúrico 0,05 M e o nº de mL de hidróxido de sódio 0,1 M gastos na titulação

P = nº de g da amostra

f = 6,25 (fator de conversão)

### **Referências bibliográficas**

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz. v. 1: Métodos químicos e físicos para análise de alimentos, 3. ed. São Paulo: IMESP, 1985. p. 44-45.

FAO/WHO. FAO Nutrition Meetings Report Series, 52. Energy and protein requirements. Geneva, 1973. (Technical Report Series, n. 522).

SOUTHGATE, D.A.T. The relationship between food composition and available energy. Rome: Joint FAO/WHO/UNU Expert Consultation on Energy and Protein Requirements. 1981.

## Anexo III

### 032/IV Lipídios ou extrato etéreo – Extração direta em Soxhlet

Material Aparelho extrator de Soxhlet, bateria de aquecimento com refrigerador de bolas, balança analítica, estufa, cartucho de Soxhlet ou papel de filtro de 12 cm de diâmetro, balão de fundo chato de 250 a 300 mL com boca esmerilhada, lã desengordurada, algodão, espátula e dessecador com sílica gel.

#### Reagente

Éter

**Procedimento** – Pese 2 a 5 g da amostra em cartucho de Soxhlet ou em papel de filtro e amarre com fio de lã previamente desengordurado. No caso de amostras líquidas, pipete o volume desejado, esgote em uma porção de algodão sobre um papel de filtro duplo e coloque para secar em uma estufa a 105°C por uma hora. Transfira o cartucho ou o papel de filtro amarrado para o aparelho extrator tipo Soxhlet. Acople o extrator ao balão de fundo chato previamente tarado a 105°C. Adicione éter em quantidade suficiente para um Soxhlet e meio. Adapte a um refrigerador de bolas. Mantenha, sob aquecimento em chapa elétrica, à extração contínua por 8 (quatro a cinco gotas por segundo) ou 16 horas (duas a três gotas por segundo). Retire o cartucho ou o papel de filtro amarrado, destile o éter e transfira o balão com o resíduo extraído para uma estufa a 105°C, mantendo por cerca de uma hora. Resfrie em dessecador até a temperatura ambiente. Pese e repita as operações de aquecimento por 30 minutos na estufa e resfriamento até peso constante (no máximo 2 h).

#### Cálculo

$$\frac{100 \times N}{P} = \text{lipídios ou extrato etéreo por cento m/m}$$

N = nº de gramas de lipídios

P = nº de gramas da amostra

*Nota:* no caso de produtos contendo alta proporção de carboidratos, pese a amostra sob papel de filtro e lave com cinco porções de 20 mL de água. Coloque em estufa a 105°C por uma hora para secagem e proceda a extração conforme acima descrito.

#### Referências bibliográficas

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz.v. 1: Métodos químicos e físicos para análise de alimentos, 3. ed. São Paulo: IMESP, 1985. p. 42-43.

ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. Official methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists (method 920.39,C). Arlington: A.O.A.C., 1995, chapter 33. p. 10-12.



## Anexo IV

### 018/IV Resíduo por incineração - Cinzas

Resíduo por incineração ou cinzas é o nome dado ao resíduo obtido por aquecimento de um produto em temperatura próxima a (550-570)°C. Nem sempre este resíduo representa toda a substância inorgânica presente na amostra, pois alguns sais podem sofrer redução ou volatilização nesse aquecimento. Geralmente, as cinzas são obtidas por ignição de quantidade conhecida da amostra. Algumas amostras contendo sais de metais alcalinos que retêm proporções variáveis de dióxido de carbono nas condições da incineração são tratadas, inicialmente, com solução diluída de ácido sulfúrico e, após secagem do excesso do reagente, aquecidas e pesadas. O resíduo é, então, denominado “cinzas sulfatizadas”. Muitas vezes, é vantajoso combinar a determinação direta de umidade e a determinação de cinzas, incinerando o resíduo obtido na determinação de umidade.

A determinação de cinzas insolúveis em ácido, geralmente ácido clorídrico a 10% v/v, dá uma avaliação da sílica (areia) existente na amostra. Alcalinidade das cinzas é outra determinação auxiliar no conhecimento da composição das cinzas.

Uma análise global da composição das cinzas nos diferentes alimentos, além de trabalhosa, não é de interesse igual ao da determinação de certos componentes, conforme a natureza do produto. Outros dados interessantes para a avaliação do produto podem ser obtidos no tratamento das cinzas com água ou ácidos e verificação de relações de solúveis e insolúveis. Um baixo conteúdo de cinzas solúveis em água é indício que o material sofreu extração prévia.

### Material

Cápsula de porcelana ou platina de 50 mL, mufla, banho-maria, dessecador com cloreto de cálcio anidro ou sílica gel, chapa elétrica, balança analítica, espátula e pinça de metal.

**Procedimento** – Pese 5 a 10 g da amostra em uma cápsula, previamente aquecida em mufla a 550°C, resfriada em dessecador até a temperatura ambiente e pesada. Caso a amostra seja líquida, evapore em banho-maria. Seque em chapa elétrica, carbonize em temperatura baixa e incinere em mufla a 550°C, até eliminação completa do carvão. Em caso de borbulhamento, adicione inicialmente algumas gotas de óleo vegetal para auxiliar o processo de carbonização.

As cinzas devem ficar brancas ou ligeiramente acinzentadas. Em caso contrário, esfrie, adicione 0,5 mL de água, seque e incinere novamente. Resfrie em dessecador até a temperatura ambiente e pese. Repita as operações de aquecimento e resfriamento até peso constante.

*Nota:* podem ser utilizadas cápsulas de outros metais resistentes ao calor desde que as cinzas obtidas não sejam empregadas para posterior análise de metais.

### **Cálculo**

$$\frac{100 \times N}{P} = \text{cinzas por cento m/m}$$

N = nº de g de cinzas

P = nº de g da amostra

### **Referências bibliográficas**

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz.v. 1: Métodos químicos e físicos para análise de alimentos, 3. ed. São Paulo: IMESP, 1985. p. 27-28.

ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. Official Methods of analysis of the Association of Official Analytical Chemists (method 900.02). Arlington: A.O.A.C., 1996 chapter 44. p. 3.

## Resumos aceitos em simpósios e/ou conferências

### I Simpósio de Pós-Graduação da Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos da Universidade de São Paulo – 30/11/2012.



#### ESTIMATIVA DA MACIEZ DA CARNE SUÍNA UTILIZANDO ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO (NIRS) E REDES NEURAIS ARTIFICIAIS

J.M. Balage<sup>1,2</sup>, S.L. Silva<sup>2</sup>, A.C.O.L. Figueira<sup>1,3</sup>, A.P.S. Silva<sup>2</sup>, L.S.Oliveira<sup>2</sup>, M.R. Mazon<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Instituto Superior de Engenharia (ISE), UALG

<sup>2</sup> Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos (FZEA), USP

<sup>3</sup> Centro de Investigação Sobre o Espaço e as Organizações (CIEO), UALG



USP



#### INTRODUÇÃO

O NIRS destaca-se como uma técnica analítica sensível, rápida e não destrutiva, que possui grande potencial para prever, simultaneamente, várias propriedades e de categorizar a carne e produtos cárneos em classes [1].

#### OBJETIVO

Este trabalho foi realizado visando a construção de um classificador baseado nos espectros coletados com NIRS combinado a modelos de Redes Neurais Artificiais para diferenciação do músculo *L. dorsi* de suínos em duas classes de maciez (macia e dura).

#### MATERIAL E MÉTODOS

Amostras do músculo *L. dorsi* de 134 animais (11<sup>a</sup> e a 12<sup>a</sup> costelas).

- Análises
  - espectroscopia de infravermelho (Fig. 1) (comprimento de onda (CO) 200 a 1.540 nm);
  - força de cisalhamento (FC) [3].

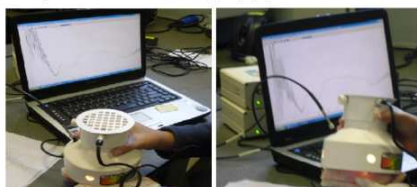
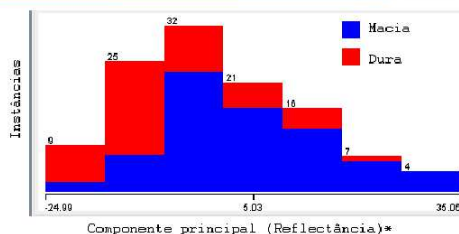


Figura 1: Aplicação do NIRS .

- Classes de maciez
  - macia (FC  $\leq$  32 N/cm) ou dura (FC  $\geq$  45 N/cm);
  - 114 amostras a serem avaliadas.
- Classificador
  - CO 600nm aos 1495 nm;
  - PCA (Principal Components Analysis);
  - RNA Multilayer Perceptron de duas camadas [2];
  - validação cruzada em 8 grupos.

#### RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados indicam que há uma tendência em carnes mais macias apresentarem maiores valores de reflectância (Fig. 2). O classificador gerado pela RNA foi capaz de classificar 76 % das amostras corretamente. Entretanto, para classificar amostras como macia, o classificador tem uma taxa de 90% de acerto (Tab. 1 e Fig. 3). Os resultados são próximos aos encontrados na literatura [1].



\* Dados normalizado para média zero.

Figura 2: Comportamento das 2 classes (macia e dura) dentro do componente principal gerado por PCA

Tabela 1 : Precisão do classificador gerado pela rede neural artificial detalhada por classe

	Precisão	Cobertura	Medida-F
Macia	0.759	0.9	0.824
Dura	0.774	0.545	0.64

```
=== Matriz de Confusão ===
a  b  <-- Classificada como
63  7  | a = Macia
20 24  | b = Dura
```

Figura 3: Matriz de confusão

#### CONCLUSÃO

O presente trabalho gerou um classificador cuja porcentagem de classificação correta para carne suína macia foi de 90%. O mesmo classificador é capaz de classificar amostras como sendo macias ou duras com 76% de acerto.

#### REFERÊNCIAS

- [1] Bonin, M. N. *Avaliação de características de desempenho e qualidade de carne em linhagens e touros representativas da raça Nelore, utilizando ultrassonografia, análise de imagem e NIRS*. 2012. 135 f. Tese (Doutorado). FZEA – USP.
- [2] Hall M., Frank E., Holmes G., Pfahringer B., Reutemann P., Witten I. H. *The WEKA Data Mining Software: An Update*. *SIGKDD Explorations*, Volume 11, Issue 1. 2009.
- [3] Shackelford, S.D., Wheeler, T.L., Koohmaraie, M. Technical Note: Use of belt grill cookery and slice shear force for assessment of pork longissimus tenderness. *Journal of animal science*, Vol. 82, pp. 238–241. 2004.



**Rating Pork Meat Tenderness Using Visible/Near-Infrared Spectroscopy and Artificial Neural Networks**

Balage, J.M.<sup>1,2</sup>, Silva, S.L.<sup>2\*</sup>, Figueira, A.C.O.L.<sup>1</sup>, Bonin, M.N.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Universidade do Algarve, <sup>2</sup>Universidade de São Paulo

\*[sauloluz@usp.br](mailto:sauloluz@usp.br)

Visible/near-infrared spectroscopy (Vis/NIR) combined with artificial neural networks (ANN) was tested as a non-destructive method to classify pork loin in tenderness classes. Samples from *Longissimus* muscle at the 11<sup>th</sup> rib were removed from 134 pig carcasses and the Vis/NIR spectra were collected from 400 to 1,495 nm. Spectral resolution was set to five nm and five scans were averaged for every spectrum. Each sample was scanned two times at different locations throughout the sample. Tenderness was determined using the Warner-Bratzler shear force (WBSF) method. Tenderness classes were defined as tender (n = 44), when WBSF  $\leq$  32 N/cm, and tough (n = 70), when WBSF  $\geq$  45 N/cm. Intermediate values have been removed to reduce errors, thereby forming a group of 114 samples to be evaluated. Machine learning based on ANN was applied to build the classification model of tenderness, performed by the Weka Data Mining Software. The reflectance of 600 nm to 1495 nm wavelength range was considerate for the analyses. A principal component analysis (PCA) filter was applied in the spectra collected with the Vis/NIR. The classifier used a multilayer perceptron ANN with two hidden layers, one input (filtered spectra by PCA) and one output (WBSF). Data evaluation was done by cross validation in eight groups. The results indicate a tendency where tender meat shows higher reflectance values than tough meat. The Vis/NIR and ANN generated a classifier with 76% classification accuracy. Moreover, the classifier rated 90% of the tender samples correctly (recall). A classifier capable of grouping tender pork loins with 90% accuracy has great importance for the meat industry enabling the creation of a line with high quality standard products and high added value.



## Premiações por trabalhos apresentados e/ou publicados

