

MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO

GABINETE DO MINISTRO

INSTRUÇÃO NORMATIVA Nº 8, DE 11 DE MARÇO DE 2009

O MINISTRO DE ESTADO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO, no uso da atribuição que lhe confere o art. 87, parágrafo único, inciso II, da Constituição, tendo em vista o disposto no Decreto nº 5.351, de 21 de janeiro de 2005, no Decreto nº 30.691, de 29 de março de 1952, no Decreto nº 5.741, de 30 de março de 2006, na Instrução Normativa MAPA nº 1, de 16 de janeiro de 2007, e o que consta do Processo nº 21000.007634/2008-29, resolve:

Art. 1º Aprovar o método oficial para determinação dos parâmetros para avaliação do teor total de água contida em carcaças resfriadas e cortes de aves, na forma dos Anexos de I a IV à presente Instrução Normativa. *(Redação dada pela Instrução Normativa 25/2013/MAPA)*

Redações

Anteriores

Art. 2º O método que trata esta Instrução Normativa será adotado pelos Laboratórios pertencentes à Rede Nacional de Laboratórios Agropecuários do Sistema Unificado de Atenção à Sanidade Agropecuária.

Art. 3º Esta Instrução Normativa entra em vigor na data de sua publicação.

REINHOLD STEPHANES

ANEXO I

MÉTODO PARA DETERMINAÇÃO DOS PARÂMETROS PARA AVALIAÇÃO DO TEOR TOTAL DE ÁGUA CONTIDA EM CARCAÇAS RESFRIADAS E CORTES DE AVES *(Redação dada pela Instrução Normativa 25/2013/MAPA)*

Redações

Anteriores

1. PRINCÍPIO E APLICAÇÃO *(Redação dada pela Instrução Normativa 25/2013/MAPA)*

Redações

Anteriores

Fundamenta-se na determinação do teor de água e proteína e a relação entre ambas de amostras de cortes de frangos, galinhas, patos e galeto, in natura, resfriados ou congelados, com ou sem pele ou osso e carcaças resfriadas também de frangos, galinhas, patos e galeto de acordo com o MÉTODO PARA DETERMINAÇÃO DE UMIDADE e o MÉTODO PARA DETERMINAÇÃO DE NITROGÊNIO TOTAL.

2. MATERIAL *(Redação dada pela Instrução Normativa 25/2013/MAPA)*

Redações

Anteriores

2.1. EQUIPAMENTOS: *(Redação dada pela Instrução Normativa 25/2013/MAPA)*

Redações

Anteriores

Balança semianalítica com precisão de 0,1g;

Moinho próprio para triturar e homogeneizar carcaças resfriadas e cortes de aves resfriados ou congelados, com ou sem pele ou osso, para obter uma amostra totalmente homogênea.

3. INSUMOS(*Redação dada pela Instrução Normativa 25/2013/MAPA*)

Anteriores *Redações*

Papel toalha;

Sacos plásticos impermeáveis, com capacidade mínima de quatro litros.

4. PROCEDIMENTO(*Redação dada pela Instrução Normativa 25/2013/MAPA*)

Anteriores *Redações*

4.1. Manter as amostras sob refrigeração ou congelamento, de acordo com sua exigência de armazenamento até o momento do ensaio;(Redação dada pela *Instrução Normativa 25/2013/MAPA*)

Anteriores *Redações*

4.2. Verificar se a embalagem está intacta;(Redação dada pela *Instrução Normativa 25/2013/MAPA*)

Anteriores *Redações*

Obs.: Não proceder à análise, caso a embalagem esteja danificada.

4.2.1. (*Suprimido pela Instrução Normativa 25/2013/MAPA*)

Anteriores *Redações*

4.3. Limpar e enxugar o exterior da embalagem;(Redação dada pela *Instrução Normativa 25/2013/MAPA*)

Anteriores *Redações*

4.4. Pesar o produto em sua embalagem original e obter a massa (m₀);(Redação dada pela *Instrução Normativa 25/2013/MAPA*)

Anteriores *Redações*

4.5. Pesar um saco plástico impermeável (m₁);(Redação dada pela *Instrução Normativa 25/2013/MAPA*)

Anteriores *Redações*

4.6. Abrir a embalagem, transferir a amostra para o saco plástico impermeável, tomando cuidado para que não haja perda de amostra, líquido ou gelo. Pesar o conjunto (m₂);(Redação dada pela *Instrução Normativa 25/2013/MAPA*)

Anteriores

4.7. Secar a embalagem original do produto e pesar (m₃);(Redação dada pela *Instrução Normativa 25/2013/MAPA*)

Redações

Anteriores

4.7.1. Para amostras acondicionadas em bandejas, retirar o invólucro, secar e pesar ambos (m₃);
(Acrescentado pela *Instrução Normativa 25/2013/MAPA*)

4.7.2. Para carcaças de frango resfriado, secar e pesar a embalagem externa e o invólucro contendo os miúdos, se houver, obtendo-se m₃;(Acrescentado pela *Instrução Normativa 25/2013/MAPA*)

4.8. Transferir o conteúdo do saco plástico (4.6) para o moinho e triturar até obter uma massa homogênea;
(Redação dada pela *Instrução Normativa 25/2013/MAPA*)

Redações

Anteriores

4.9. Determinar a umidade (%U) da amostra de acordo com o MÉTODO PARA DETERMINAÇÃO DE UMIDADE; e(Redação dada pela *Instrução Normativa 25/2013/MAPA*)

Redações

Anteriores

4.10. Determinar o teor de proteína (%P) da amostra de acordo com o MÉTODO PARA DETERMINAÇÃO DE NITROGÊNIO TOTAL.(Redação dada pela *Instrução Normativa 25/2013/MAPA*)

Redações

Anteriores

5. CÁLCULOS(Redação dada pela *Instrução Normativa 25/2013/MAPA*)

Redações

Anteriores

5.1. Determinar a massa do líquido residual na embalagem (ML), em gramas:(Redação dada pela *Instrução Normativa 25/2013/MAPA*)

Redações

Anteriores

$$ML = m_0 - (m_2 - m_1) - m_3$$

5.2. Calcular o percentual total de água na amostra, %U_t:(Redação dada pela *Instrução Normativa 25/2013/MAPA*)

Redações

Anteriores

$$\%U_t \text{ da amostra} = (U + ML \times 100)/(m_0 - m_3)$$

Onde:

U da amostra (g) = (m2 - m1) x %U amostra/100 %U amostra = percentagem de umidade da amostra determinada conforme o item 4.9.

5.3. Calcular o percentual total de proteína na amostra, %Pt:(*Redação dada pela Instrução Normativa 25/2013/MAPA*)

Redações

Anteriores

%Pt da amostra = P x 100/(m0 - m3)

Onde:

P da amostra (g) = (m2 - m1) x %P amostra/100 %P amostra = percentagem de proteína da amostra determinada conforme o item 4.10.

5.4. Calcular a relação água/proteína da amostra (Ut/Pt):(*Redação dada pela Instrução Normativa 25/2013/MAPA*)

Redações

Anteriores

Ut/Pt da amostra = %Ut da amostra/%Pt da amostra

Obs.: Expressar todos os resultados com duas casas decimais.

ANEXO II

MÉTODO PARA DETERMINAÇÃO DE UMIDADE

1. PRINCÍPIO: Fundamenta-se na perda de umidade a $103 \pm 2^\circ\text{C}$.

2. MATERIAL

2.1. EQUIPAMENTOS: Balança analítica com precisão de 0,0001g;

Estufa a $103 \pm 2^\circ\text{C}$.

2.2. VIDRARIA E UTENSÍLIOS: Bastão de vidro de comprimento ligeiramente maior que o diâmetro da cápsula a ser usada;

Dessecador com sílica gel ou cloreto de cálcio anidro;

Cápsula de porcelana ou metal de pelo menos 60mm de diâmetro e altura de 25mm;

Pinça ou tenaz metálico; e

Areia purificada com ácido e calcinada, partículas de 0,1 a 0,3mm.

3. PROCEDIMENTO: Transferir para a cápsula uma quantidade de areia aproximadamente igual a três vezes a quantidade de amostra a ser utilizada. Secar a cápsula com a areia e um bastão de vidro a 103°C por 30 minutos. Retirar o conjunto da estufa, esfriar em dessecador e pesar (m0). Transferir cerca de 5g de amostra homogeneizada para a cápsula e pesar (m1). Com a ajuda do bastão de vidro misturar a amostra com a areia. Levar o conjunto à estufa a $103^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ por 2 horas, esfriar em dessecador e pesar. Repetir as operações de aquecimento por 1 hora, resfriamento e pesagem até que duas pesagens sucessivas não difiram mais que 0,1% da massa da amostra, obtendo-se m2.

4. CÁLCULOS

$$\%U = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100$$

Onde:

m_0 = massa, em gramas, da cápsula com areia e o bastão de vidro;

m_1 = massa, em gramas, da cápsula contendo a amostra, a areia e o bastão de vidro;

m_2 = massa, em gramas, da cápsula contendo a amostra, a areia e o bastão de vidro após a secagem.

Obs.: Expressar o resultado com duas casas decimais.

ANEXO III

MÉTODO PARA DETERMINAÇÃO DE NITROGÊNIO TOTAL

1. PRINCÍPIO: Baseia-se na transformação do nitrogênio da amostra em sulfato de amônio por meio da digestão com ácido sulfúrico e posterior destilação com liberação da amônia, que é fixada em solução ácida e titulada. Pode-se expressar o resultado em proteína multiplicando-se a porcentagem do nitrogênio total por 6,25.

2. MATERIAL

2.1. EQUIPAMENTOS: Aparelho ou bloco digestor e destilador macro, semi-micro ou micro-Kjeldahl; e

Balança analítica com precisão de 0,0001g.

2.2. VIDRARIA E UTENSÍLIOS:

Balão de Kjeldahl ou tubo de Kjeldahl;

Béquer de 250mL;

Buretas de 25 ou 50mL;

Erlenmeyers de 125 ou 250mL;

Espátula;

Gral de porcelana com pistilo;

Papel indicador universal de pH;

Papel de pesagem (papel vegetal livre de nitrogênio);

Provetas de 50, 100 e 250mL; e

Tenaz metálica ou pinça.

2.3. REAGENTES:

Ácido sulfúrico p.a. densidade 1,84g/mL (H₂SO₄);

Mistura catalítica:

a) Sulfato de potássio (K_2SO_4) p.a., sulfato de sódio anidro (Na_2SO_4) p.a. ou bissulfato de potássio ($KHSO_4$) p.a.;

b) Sulfato de cobre pentahidratado ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) p.a.;

c) Misturar (a) e (b) na proporção de 10+1, respectivamente, triturando em gral de porcelana até obter um pó fino;

Solução de hidróxido de sódio (NaOH) 50% (m/v);

Solução de ácido bórico (H_3BO_3) 4% (m/v);

Indicador misto:

Pesar 0,132g de vermelho de metila ($C_{15}H_{15}N_3O_2$) e 0,06g de verde de bromocresol ($C_{21}H_{14}Br_4O_5S$). Dissolver em 200mL de álcool etílico 70% (v/v). Filtrar se necessário e guardar em frasco âmbar;

Obs.: O indicador misto poderá ser incorporado à solução de ácido bórico 4% na proporção de 8mL por litro; e

Solução padrão de ácido sulfúrico (H_2SO_4) 0,05mol/L ou solução padrão de ácido clorídrico (HCl) 0,1mol/L.

3. PROCEDIMENTO

a) Micro e semi-micro Kjeldahl

Digestão: Pesar em balança analítica de 0,5 a 0,8g de amostra homogeneizada e transferir para tubo de Kjeldahl. Adicionar 2,5g de mistura catalítica e 7mL de ácido sulfúrico. Aquecer em bloco digestor, a princípio lentamente, mantendo a temperatura de 50°C por 1 hora ou dependendo das instruções do fabricante do bloco digestor. Em seguida, elevar a temperatura gradativamente até atingir 350 - 400°C. Quando o líquido se tornar límpido e transparente, de tonalidade azul-esverdeada, retirar do aquecimento, deixar esfriar e adicionar em torno de 10mL de água.

Destilação: Acoplar ao destilador o erlenmeyer contendo 20mL de solução de ácido bórico 4% com 4 ou 5 gotas de solução de indicador misto. Adaptar o tubo de Kjeldahl ao destilador e adicionar a solução de hidróxido de sódio 50% até obter uma solução de cor negra (aproximadamente 20mL). Proceder à destilação. Recolher o volume necessário para a completa destilação da amônia. Pode-se testar o ponto final da destilação com papel indicador de pH até que não ocorra mais reação alcalina. A solução coletora deve ser mantida fria durante a destilação.

Titulação: Titular com solução padrão de ácido sulfúrico 0,05mol/L ou solução padrão de ácido clorídrico 0,1mol/L até a viragem do indicador.

b) Macro-Kjeldahl

Digestão: Pesar em balança analítica de 0,8 a 1,2g de amostra homogeneizada e transferir para tubo de Kjeldahl. Adicionar 5,0g de mistura catalítica e 20mL de ácido sulfúrico. Aquecer em bloco digestor, a princípio lentamente, mantendo a temperatura de 50°C por 1 hora ou dependendo das instruções do fabricante do bloco digestor. Em seguida, elevar a temperatura gradativamente até atingir 350 - 400°C. Quando o líquido se tornar límpido e transparente, de tonalidade azul-esverdeada, retirar do aquecimento, deixar esfriar e adicionar em torno de 50mL de água.

Destilação: Acoplar ao destilador o erlenmeyer contendo 25mL de solução de ácido bórico 4% com 4 ou 5 gotas de solução de indicador misto. Adaptar o tubo de Kjeldahl ao destilador e adicionar a solução de hidróxido de sódio 50% até obter uma solução de cor negra (aproximadamente 60mL). Proceder à

destilação. Recolher o volume necessário para a completa destilação da amônia. Pode-se testar o ponto final da destilação com papel indicador de pH até que não ocorra mais reação alcalina. A solução coletora deve ser mantida fria durante a destilação.

Titulação: Titular com solução padrão de ácido sulfúrico 0,05mol/L ou solução padrão de ácido clorídrico 0,1mol/L até a viragem do indicador.

4. CÁLCULOS

4.1. Usando HCl 0,1mol/L

$$\% \text{ nitrogênio total} = \frac{V \times M \times f \times 0,014 \times 100}{p}$$

$$\% \text{ proteína} = \% \text{ nitrogênio total} \times 6,25$$

Onde:

V = mililitros de solução de ácido clorídrico 0,1mol/L gastos na titulação, após a correção do branco;

M = molaridade teórica da solução de ácido clorídrico 0,1mol/L;

f = fator de correção da solução de ácido clorídrico 0,1mol/L;

p = massa da amostra em gramas;

4.2. Usando H₂SO₄ 0,05mol/L

$$\% \text{ nitrogênio total} = \frac{V \times M \times 2 \times f \times 0,014 \times 100}{p}$$

$$\% \text{ proteína} = \% \text{ nitrogênio total} \times 6,25$$

Onde:

V = mililitros de solução de ácido sulfúrico 0,05mol/L gastos na titulação, após a correção do branco;

M = molaridade teórica da solução de ácido sulfúrico 0,05mol/L;

f = fator de correção da solução de ácido sulfúrico 0,05mol/L;

p = massa da amostra em gramas;

Obs.:

Fazer uma prova em branco com os reagentes.

Expressar o resultado com duas casas decimais.

ANEXO IV

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

I - Comunidade Européia. Regulamento (CE) N°543/2008 da Comissão de 16 de junho de 2008. Estabelece regras de execução do Regulamento (CE) n°1234/2007. Jornal Oficial da União Européia, [s.l.], 17/6/2008.

II - International Organization for Standardization.ISO1442: 1997, Meat and meat products - Determination of moisture content (Reference method). 2ª ed.1997.

III - Brasil. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento.

[Instrução Normativa nº20 de 21 de julho de 1999](#). Diário Oficial da União, nº 17, de 27de setembro de 1999.

IV - AOAC International. Official Methods of Analysis of AOAC(*Acrescentado pela Instrução Normativa 25/2013/MAPA*)

International, Official Method 981.10. 18 ed. Gaithersburg: 2010.

