Informações Suplementares

Article

Macronutrientes, Elementos-Traço e Aflatoxina *M*$_1$ em Queijo Minas Artesanal

Macronutrients, Trace Elements, and Aflatoxin *M*$_1$ in Artisanal Minas Cheese

***Sarah Cristina de Oliveira,*[a] *Fernanda Raghiante,*[a] *Aryele Nunes da Cruz Encide Sampaio,*[a] *Rafael Alves Santomauro,*[a] *Marise Santiago Velame,*[a] *Bruna Godoi de Castro,*[a] *Mirella Silva Guinda Ribeiro,*[a] *Gabriella Rodrigues Cazolda,*[a,*] *Fábio Sossai Possebon,*[a] *Juliano Gonçalves Pereira,*[a] *Otávio Augusto Martins*[a,*]**

[a]*Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho", Faculdade de Medicina Veterinária e Zootecnia, Laboratório de Inspeção Sanitária de Alimentos, Serviço de Orientação à Alimentação Pública (SOAP), CEP 18618-681, Botucatu-SP, Brasil*

*gabriella.cazolda@unesp.br/otavio.a.martins@unesp.br

- **Determinação de pH e Acidez**

Para a medição do pH, utilizaram-se 10 g de amostra em 50 mL de água pura. Na determinação da acidez, utilizou-se 1 g de amostra em 50 mL de água pura com 4 gotas de solução de fenolftaleína a 0,1% (Sigma-Aldrich; St. Louis, MO, EUA).

$$\%\ \text{SAN} = \frac{V \,.\, f \,.\, 100}{P \,.\, 10} \qquad \text{(S1)}$$

Onde:

V = volume de solução de hidróxido de sódio 0,1 N gasto na titulação (mL);

f = fator de correção da solução de hidróxido de sódio 0,1 N;

P = massa da amostra utilizada na titulação (g).

- **Composição Centesimal**

Determinação do Teor de Umidade: Foram pesadas 5 g de amostra em cápsula de porcelana seguida de incineração em estufa a 105 °C durante 4 horas. Após resfriamento em dessecador até a temperatura ambiente, pesou-se em balança analítica. A operação de aquecimento e resfriamento repetiu-se até peso constante.

$$\text{Umidade}\ (\%) = \frac{100\ .\ N}{P} \qquad \text{(S2)}$$

This is an open-access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution Licence.

Onde:

N = perda da massa (g);
P = massa da amostra utilizada (g).

Resíduo Mineral Fixo: Foram pesadas 2 g de amostra em cápsula de porcelana, previamente calcinada em mufla a 550 °C e resfriada em dessecador até a temperatura ambiente. A amostra foi submetida à secagem em estufa a 105 °C, seguida de carbonização em chapa elétrica sob capela de exaustão e incineração em mufla a 550 °C até a obtenção de cinzas brancas ou levemente acinzentadas. Após resfriamento em dessecador, a massa residual foi determinada em balança analítica.

$$\text{Cinzas (\%)} = \frac{100\ .\ N}{P} \qquad \text{(S3)}$$

Onde:

N = massa de cinzas obtida (g);

P = massa inicial da amostra utilizada (g).

Método de Mohr (NaCl): Foram pesadas 5 g de amostra em cápsula de porcelana, com carbonização em chapa elétrica sob capela de exaustão, seguida de incineração em mufla a 550 °C. Após resfriamento, adicionaram-se 30 mL de água pura quente. A solução foi titulada com nitrato de prata 0,1 M (Merck; Darmstadt, Alemanha) utilizando 2 gotas de cromato de potássio a 10% (Sigma-Aldrich; St. Louis, MO, EUA) como indicador até o aparecimento de coloração vermelho-tijolo.

$$\text{NaCl (\%)} = \frac{V\ .\ f\ .\ 0{,}584}{P} \qquad \text{(S4)}$$

Onde:

V = volume de solução de nitrato de prata 0,1 M gasto na titulação (mL);

f = fator de correção da solução de nitrato de prata 0,1 M;

P = massa da amostra presente na alíquota utilizada na titulação (g).

Análise de Proteínas (Kjeldahl): Foram pesadas 0,5 g de amostra com 10 mL de ácido sulfúrico (1,84 g mL^{-1}) (Synth; Diadema, SP, Brasil) e 2 g de mistura catalítica (dióxido de titânio, sulfato de cobre e sulfato de potássio) (Merck; Darmstadt, Alemanha). A digestão ocorreu a 400 °C por 4 h em bloco Tecnal®. O destilado foi recolhido em 10 mL de solução de ácido sulfúrico 0,1 g mol^{-1} com vermelho de metila a 1% (Sigma-Aldrich; St. Louis, MO, EUA), seguido de titulação com NaOH 0,1 N (Sigma-Aldrich; St. Louis, MO, EUA).

$$\text{Proteína (\%)} = \frac{V\ .\ 0{,}14\ .\ 6{,}38}{P} \qquad \text{(S5)}$$

This is an open-access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution Licence.

Onde:

V = diferença entre o volume de ácido sulfúrico a 0,1 M e o volume de hidróxido de sódio a 0,1 N gastos na titulação (mL);

P = massa da amostra utilizada (g).

Extração de Lipídios (Soxhlet): Foram pesadas 2 g de amostra seca em cartucho para Soxhlet, utilizando 150 mL de éter etílico (Synth; Diadema, SP, Brasil). O processo de extração foi mantido a 80 °C por 6 h, com fluxo de 4 a 5 gotas por segundo no extrator Tecnal®.

$$\text{Lipídeos } (\%) = \frac{100\,.\,N}{P} \qquad \text{(S6)}$$

Onde:

N = massa de lipídeos obtida (g);

P = massa inicial da amostra utilizada (g).

Determinação de carboidratos e valor calórico:

$$\text{Carboidratos } (\%) = 100 - \text{proteínas } (\%) - \text{lipídeos } (\%) \qquad \text{(S7)}$$

$$Calorias\ (kcal\ 100\ g^{-1}) = (\text{proteínas}\,.\,4) + (\text{lipídeos}\,.9) + (\text{carboidratos}\,.4) \qquad \text{(S8)}$$

- **Determinação de Metais**

O equipamento Shimadzu ICPE-9820 opera com policroador Echelle e detector CCD (*Charge-Coupled Device*) de 1 megapixel com purga contínua de vácuo. A análise foi conduzida em modo de observação duplo (Dual View), aplicando leitura axial para Fe e P e radial para Ca e Na. As condições operacionais do plasma e espectrais estão detalhadas na Tabela S1.

This is an open-access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution Licence.

Tabela S1. Parâmetros operacionais e faixas de trabalho do ICP-OES para a determinação de metais.

Parâmetro/Elemento	Condição/Valor
Potência de Radiofrequência (RF)	1,2 kW
Fluxo do gás plasmogênio	10,0 L/min
Fluxo do gás auxiliar	0,6 L/min
Fluxo do gás carreador (nebulizador)	0,7 L/min
Sistema de introdução	Câmara de nebulização Ciclônica e nebulizador coaxial (Mini-tocha/Nebulizador de alta eficiência)
Ca (Comprimento de onda / Modo / Faixa)	317,933 nm / Radial / 5,0 a 150,0 mg/L
Na (Comprimento de onda / Modo / Faixa)	589,592 nm / Radial / 5,0 a 150,0 mg/L
Fe (Comprimento de onda / Modo / Faixa)	259,940 nm / Axial / 0,05 a 2,0 mg/L
P (Comprimento de onda / Modo / Faixa)	177,434 nm / Axial ou Radial / 1,0 a 80,0 mg/L

- **Determinação de Aflatoxina M1**

Uma porção de 15 g da amostra de queijo foi homogeneizada e submetida à extração com mistura de metanol e água. O extrato foi centrifugado, filtrado, diluído em tampão fosfato salino (PBS) e aplicado em coluna de imunoafinidade específica para AFM_1. A coluna foi lavada com água ultrapura para eliminação de interferentes da matriz lipídica, e a fração contendo o analito foi eluida com 1,25 mL de acetonitrila/metanol grau CLAE. O eluato foi seco sob fluxo de N_2, reconstituído na fase móvel e injetado no sistema cromatográfico.

This is an open-access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution Licence.