

Mestrado em Engenharia Química
Ramo de Tecnologias de Protecção Ambiental

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

Laura Cristina Oliveira Sousa

Novembro de 2011

Orientadora: Prof. Doutora Cristina Maria Fernandes Delerue Alvim de Matos

Co-orientadora: Prof. Doutora Maria Beatriz Prior Pinto Oliveira

Agradecimentos

Antes de mais gostaria de agradecer a todos aqueles que contribuíram para a elaboração deste trabalho, e que de certa forma fizeram parte desta etapa da minha vida.

À Doutora Cristina pelos óptimos conselhos e pelo incentivo demonstrado nos momentos mais difíceis e por acreditar que eu era capaz de concretizar este capítulo.

À Doutora Beatriz por estar sempre disponível e disposta a cooperar no meu bom desempenho.

À Doutora Teresa pelos bons conselhos.

À Sílvia pelo apoio e por toda a ajuda que me deu nos momentos em que mais precisei.

A toda a equipa da Silliker Portugal, o meu local de trabalho diário, tendo em especial consideração a Dr^a Alice Santos, que me acompanhou em todo o trabalho, a Isabel, a Joana Rangel, a Olga e a Joana Costa na qual agradeço toda a paciência e consideração demonstradas.

Aos meus dois grandes amigos do ISEP, a Esperta e o Toy, pela amizade que sempre tiveram e por estarem sempre presentes quando eu mais precisava.

Aos meus pais e ao meu irmão por todo o amor, carinho e apoio que me deram nesta e em outras fases da minha vida.

Ao Alexandre por todo o amor, carinho, incentivo e principalmente paciência nos momentos mais difíceis deste trabalho.

Resumo

Nos dias de hoje é necessário criar hábitos de vida mais saudáveis que contribuam para o bem-estar da população. Adoptar medidas e práticas de modo regular e disciplinado, pode diminuir o risco do aparecimento de determinadas doenças, como a obesidade, as doenças cardiovasculares, a hipertensão, a diabetes, alguns tipos de cancro e tantas outras. É também importante salientar que, uma alimentação cuidada dá saúde e aumenta a esperança média de vida.

Em Portugal, nos últimos anos, os costumes alimentares da população têm vindo a alterar-se significativamente. As refeições caseiras confeccionadas com produtos frescos dão lugar à designada “cultura do fast food”. Em contrapartida, os consumidores são cada vez mais exigentes, estando em permanente alerta no que se refere ao estado dos alimentos. A rotulagem de um produto, para além da função publicitária, tem vindo a ser objecto de legislação específica de forma a fornecer informação simples e clara, correspondente à composição, qualidade, quantidade, validade ou outras características do produto. Estas informações devem ser acessíveis a qualquer tipo de público, com mais ou menos formação e de qualquer estrato social. A qualidade e segurança dos produtos deve basear-se na garantia de que todos os ingredientes, materiais de embalagem e processos produtivos são adequados à produção de produtos seguros, saudáveis e saborosos.

A Silliker Portugal, S.A. é uma empresa independente de prestação de serviços para o sector agro-alimentar, líder mundial na prestação de serviços para a melhoria da qualidade e segurança alimentar. A Silliker dedica-se a ajudar as empresas a encontrar soluções para os desafios actuais do sector, oferecendo uma ampla gama de serviços, onde se inclui o serviço de análises microbiológicas, químicas e sensorial; consultadoria em segurança alimentar e desenvolvimento; auditorias; rotulagem e legislação.

A actualização permanente de procedimentos na procura de uma melhoria contínua é um dos objectivos da empresa. Para responder a um dos desafios colocados à Silliker, surgiu este trabalho, que consistiu no desenvolvimento de um novo método para determinação de ácidos gordos e da gordura total em diferentes tipos de alimentos e comparação dos resultados, com os obtidos com o método analítico até então adoptado. Se a gordura é um elemento de grande importância na alimentação, devido às suas propriedades nutricionais e organolépticas, recentemente, os investigadores têm focado a sua atenção nos mais diversos ácidos gordos (saturados, monoinsaturados e polinsaturados), em particular nos ácidos gordos essenciais e nos isómeros do ácido linoleico conjugado (CLA), uma mistura de isómeros posicionais e geométricos do ácido linoleico com actividade biológica importante.

A técnica usada nas determinações foi a cromatografia gasosa com ionização de chama, GC-FID, tendo as amostras sido previamente tratadas e extraídas de acordo com o tipo de matriz. A metodologia analítica desenvolvida permitiu a correcta avaliação do perfil em ácidos gordos, tendo-se para isso usado uma mistura de 37 ésteres metílicos, em que o ácido gordo C13:0 foi usado como padrão interno. A identificação baseou-se nos tempos de retenção de cada ácido gordo da mistura e para a quantificação usaram-se os factores de resposta. A validação do método implementado foi baseada nos resultados obtidos no estudo de três matrizes relativas a materiais certificados pela BIPEA (*Bureau Interprofessionnel des Etudes Analytiques*), para o que foram efectuadas doze réplicas de cada matriz. Para cada réplica efectuada foi calculado o teor de matéria gorda, sendo posteriormente o resultado comparado com o emitido pela entidade certificada. Após análise de cada constituinte foi também possível calcular o teor em ácidos gordos saturados, monoinsaturados e polinsaturados. A determinação do perfil em ácidos gordos dos materiais certificados foi aceitável atendendo aos valores obtidos, os quais se encontravam no intervalo de valores admissíveis indicados nos relatórios.

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

A quantificação da matéria gorda no que se refere à matriz de “Paté à Tartinier” apresentou um z-score de 4,3, o que de acordo com as exigências internas da Silliker, não é válido. Para as outras duas matrizes (“Mélange Nutritif” e “Plat cuisiné à base de viande”) os valores de z-score foram, respectivamente, 0,7 e -1,0, o que permite concluir a validade do método. Para que o método possa vir a ser adoptado como método alternativo é necessário um estudo mais alargado relativamente a amostras com diferentes composições.

O método foi aplicado na análise de amostras de fiambre, leite gordo, queijo, ovo com ómega 3, amendoim e óleo de girassol, e os resultados foram comparados com os obtidos pelo método até então adoptado.

Abstract

Nowadays it is necessary to create healthier lifestyles that contribute to the welfare of the population. The adoption of measures and practices on a regular and disciplined basis can decrease the risk of certain diseases such as obesity, cardiovascular disease, hypertension, diabetes, some cancers and many others. It is also important to note that a careful diet increases health and life expectancy.

Over the last couple of years the eating habits of the Portuguese population have been changing significantly. Home cooked meals prepared with fresh products are being replaced by fast food. However, consumers are increasingly demanding, constantly being alert to the foods' condition. The labeling of a product, besides the advertising function, has been the subject of specific legislation in order to provide clear and simple information regarding the composition, quality, quantity, expiration date, or other product characteristics. This information should be accessible to any audience, independent of their level of education and social status. The quality and safety of foods should be based on the assurance that all the ingredients, packaging materials and processes are suitable for the production of safe, healthy and tasty products.

Silliker Portugal, S.A. is an independent company that provides services to the agriculture and food sector and is a world leader in providing services to improve food quality and safety. Silliker is dedicated to aid companies in finding solutions to current challenges in the sector by offering a wide range of services, which include microbiological, chemical and sensory analysis, food safety and development consultancies, audits, and labeling and legislation advice.

The ongoing update of procedures for continuous improvement is one of the objectives of the company. The present work is directly related to answer one of the challenges posed to Silliker: the development of a new method for the determination of fatty acids and total fat content in different foods and the comparison of the results with those obtained with the previously adopted analytical method. Because fat is an important element in food, due to its nutritional and organoleptic properties, researchers have focused their attention on various fatty acids (saturated, monounsaturated and polyunsaturated), particularly on essential fatty acids and isomers of conjugated linoleic acid (CLA), which is a mixture of positional and geometric isomers of linoleic acid with biological activity.

The analytical technique used in the determinations was gas chromatography with flame ionization detection, GC-FID. The analysed samples were previously treated and extracted according to the type of matrix. The developed methodology allowed the correct evaluation of the fatty acid profile. For this purpose a mixture of 37 methyl esters was used, applying fatty acid C13:0 as internal standard. The identification of the analytes was based on their retention times and quantification was based on their response factors. The validation of the implemented method was based on the results obtained in the study of three BIPEA (*Bureau Interprofessionnel des Etudes Analytiques*) certified matrices. For each matrix twelve replicate analyses were performed. For each replica the fat content was calculated and subsequently compared with the result issued by the BIPEA. After the analysis of each constituent it was also possible to calculate the content of saturated, monounsaturated, and polyunsaturated fatty acids.

The determination of the fatty acid profile of the certified matrices was acceptable considering the values found, which were in the range of permissible values indicated in the reports. The quantification of fat in relation to "Paté the Tartinier" presented a z-score of 4.3, which is not in according to the internal Silliker rules, so it is not valid. For the other two matrices ("Mélange Nutritif" and "Plat-based cuisine viande") the values of z-scores were respectively 0.7 and -1.0, which indicates the validity of the method. To adopt the method as an alternative it is necessary a larger study of samples with different compositions.

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

The method was applied to the analysis of ham, milk, cheese, egg, peanut, and sunflower oil. The results were compared with the ones obtained with the method used at Silliker, till nowadays.

Abreviaturas

AG	Ácidos Gordos
ALA	Ácido α -Linoleico (C18:3n3)
AVC	Acidente Vascular Cerebral
BAP	Balança Alimentar Portuguesa
BIPEA	<i>“Bureau Interprofessionnel des Etudes Analytiques”</i>
CG	Cromatografia Gasosa
CGL	Cromatografia Gás-Líquido
CGS	Cromatografia Gás-Sólido
CLA	Ácido Linoleico conjugado, da sigla do inglês <i>“Conjugated Linoleic Acid”</i>
COX	Cicloxygenase
C37	Mistura de 37 ácidos gordos
DHA	Docosahexaenóico (C22:6n3)
EPA	Eicosapentaenóico (C20:5n3)
FAME	Ésteres metílicos de ácidos gordos, sigla do inglês <i>“Fatty Acids Metil Esters”</i>
FID	<i>“Flame Ionization Detector”</i>
HDL	Lipoproteína de Alta Densidade, sigla do inglês <i>“High Density Lipoprotein”</i>
HPLC	Cromatografia Líquida de Alta Performance, sigla do inglês <i>“High Performance Liquid Chromatography”</i>
Ig	Imunoglobulina
IL-6	Interleucina 6
INE	Instituto Nacional de Estatística
LDL	Lipoproteína de Baixa Densidade, sigla do inglês <i>“Low Density Lipoprotein”</i>
LTB	Leucotrienos
MG	Matéria Gorda
OGM	Organismo Geneticamente Modificado
OMS	Organização Mundial de Saúde
PG	Prostaglandina
p.p.	Pontos percentuais
TNF- α	Factor de necrose tumoral α , sigla do inglês <i>“Tumor Necrosis Factor α”</i>
TX	Tromboxano
VLDL	Lipoproteína de Muito Baixa Densidade, sigla do inglês <i>“Very Low Density Lipoprotein”</i>

Índice

1. INTRODUÇÃO E ENQUADRAMENTO DO TRABALHO	1
1.1. A Empresa	1
1.2. Consumo de gorduras em Portugal e no Mundo	3
1.3. A importância do estudo das gorduras	6
1.4. Ácidos Gordos	9
1.4.1. Ácidos gordos essenciais	13
1.4.2. Ácidos gordos <i>trans</i>	14
1.4.2.1. Ácido linoleico conjugado (CLA)	15
1.5. Cromatografia Gasosa	18
2. PARTE EXPERIMENTAL	20
2.1. Método corrente de avaliação dos ácidos gordos em alimentos	20
2.2. Implementação do novo método	22
2.2.1. Objectivo	22
2.2.2. Campo de Aplicação	23
2.2.3. Procedimento	23
2.2.3.1. Resumo do processo	23
2.2.3.2. Aparelhos e utensílios	23
2.2.3.3. Reagentes	24
2.2.4. Preparação das soluções	24
2.2.4.1. Solução de ácido clorídrico a 25%	24
2.2.4.2. Solução padrão de ésteres metílicos de ácidos gordos	24
2.2.4.3. Solução de BF ₃ a 7% em metanol	25
2.2.4.4. Solução de Padrão interno (C13:0) a 6 mg/mL em clorofórmio	25
2.2.5. Técnica	25
2.2.5.1. Pré-Tratamento	25
2.2.5.2. Extracção da matéria gorda	28
2.2.5.3. Metilação dos ácidos gordos (formação de ésteres metílicos)	29
2.2.6. Condições cromatográficas	29
2.2.6.1. Análise preliminar	29
2.2.6.2. Sequência de análise	30
3. RESULTADOS E DISCUSSÃO	31
3.1. Validação do método	34
3.1.1. Patê à Tartinier	34
3.1.2. Mélange Nutritif	38
3.1.3. Plat cuisiné à base de viande	41
3.2. Análise das amostras	44
3.2.1. Análise dos resultados relativos ao fiambre	45
3.2.2. Análise dos resultados relativos ao leite gordo, ao queijo, ao amendoim e aos ovos com ómega 3	49
3.2.3. Análise dos resultados relativos ao óleo de girassol	50
4. CONCLUSÕES E SUGESTÕES PARA TRABALHO FUTURO	52

5. BIBLIOGRAFIA.....	53
ANEXO A – MISTURA DE PADRÕES (C37).....	56
1. Certificado de análise	56
2. Cálculo dos factores de resposta	57
ANEXO B	59
1. Massas das amostras usadas na validação do método	59
1.1. Patê à Tartinier.....	59
1.2. Mélange Nutritif.....	59
1.3. Plat cuisiné à base de viande	60
ANEXO C – PATÊ À TARTINIER.....	61
1. Cromatograma:	61
1.1. Exemplo de cálculo para o C12:0	63
2. Relatório do material certificado	64
ANEXO D – MÉLANGE NUTRITIF	67
1. Cromatogramas.....	67
2. Relatório do material certificado	73
ANEXO E – PLAT CUISINÉ À BASE DE VIANDE.....	76
1. Cromatogramas.....	76
2. Relatório do material certificado	82
ANEXO F – RESULTADOS DAS AMOSTRAS	85
1. Resultados do método corrente	85
1.1. Fiambre	85
1.1.1. Exemplo de cálculo.....	87
1.2. Queijo.....	88
1.3. Leite gordo	91
1.4. Amendoim com piri-piri	94
1.5. Ovos com ómega 3.....	96
1.6. Óleo de girassol.....	98
2. Resultados do método novo.....	100
2.1. Queijo.....	100
2.2. Leite gordo	104
2.3. Amendoim com piri-piri	108
2.4. Ovos com ómega 3.....	111
2.5. Óleo de girassol.....	115

Índice de Figuras

Figura 1 - Instalações da Silliker Portugal, S.A.....	2
Figura 3 - Dados relativos ao desequilíbrio das disponibilidades dos grupos alimentares assim como as respectivas variações diárias <i>per capita</i>	4
Figura 2 - Comparação das disponibilidades diárias, <i>per capita</i> em 2008, com o padrão alimentar saudável.....	4
Figura 4 - Disponibilidade diária, <i>per capita</i> , dos produtos alimentares de origem animal e vegetal.....	5
Figura 5 - Disponibilidades diárias <i>per capita</i> de proteínas e gorduras por tipo de origem.....	5
Figura 6 - Mapa de consumo de gordura (g/pessoa/dia) por país em 2001-2003 onde a média mundial foi de 78 g/pessoa/dia ^{IV}	6
Figura 7 - Alguns exemplos de alimentos transformados, que possuem elevadas quantidades de gordura adicionada.	6
Figura 8 - Classificação dos lípidos.	8
Figura 9 - Formação do triacilglicerol por esterificação do glicerol com ácidos gordos.	9
Figura 10 - Diferenças de empacotamento de ácidos gordos saturados (a) e de uma mistura de ácidos gordos saturados e insaturados (b).	10
Figura 11 - Primeiro ciclo de síntese de ácidos gordos ¹⁰	10
Figura 12 - Exemplos de cadeias saturadas e insaturadas ^V	11
Figura 13 - Efeitos dos ácidos gordos araquidónico e eicosapentaenóico sobre a activação/inibição da produção de mediadores inflamatórios. ²²	14
Figura 15 - Biossíntese do C18:2, <i>c9,t11</i> . ²⁸	16
Figura 14 - Estrutura dos isómeros maioritários do ácido linoleico conjugado. ³²	16
Figura 16 – Princípio da cromatografia gasosa.	19
Figura 17 - Flowsheet relativo aos diferentes métodos para a extracção da gordura, consoante o tipo de amostra.	21
Figura 18 - Preparação dos ésteres metílicos dos ácidos gordos para posterior injeção.	22
Figura 19 - Cromatograma da mistura de padrões C37.....	32
Figura 20 – Resultados obtidos para a matéria gorda, com os respectivos limites impostos pelo circuito.....	36
Figura 21 - Resultados obtidos para a matéria gorda, com os respectivos limites impostos pelo circuito.....	40
Figura 22 - Resultados obtidos para a matéria gorda, com os respectivos limites impostos pelo circuito.....	43
Figura 23 - Cromatograma relativo à amostra de Fiambre.....	46
Figura 24 – Certificado de análise da mistura de padrões.....	56
Figura 25 – Cromatograma relativo à amostra Patê à Tartinier A.	61
Figura 26 – Relatório do material certificado “Patê à Tartinier”.	66
Figura 27 - Cromatograma relativo à amostra Patê à Mélange Nutritif C.	68
Figura 28 - Cromatograma relativo à amostra Patê à Mélange Nutritif F.	70

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

Figura 29 - Relatório do material certificado “Mélange Nutritif” .	75
Figura 30 - Cromatograma relativo à amostra Plat cuisiné à base de viande F.	77
Figura 31 - Cromatograma relativo à amostra Plat cuisiné à base de viande K.	79
Figura 32 - Relatório do material certificado “Plat cuisiné à base de viande”	84
Figura 33 – Cromatograma relativo ao fiambre.	85
Figura 34 – Cromatograma relativo à amostra de queijo.	89
Figura 35 – Cromatograma relativo à amostra de leite gordo.	92
Figura 36 – Cromatograma relativo à amostra de amendoim com piri-piri.	94
Figura 37 – Cromatograma relativo à amostra de ovos com ómega 3.	96
Figura 38 – Cromatograma relativo à amostra de óleo de girassol.	98
Figura 39 – Cromatograma relativo à amostra de queijo	101
Figura 40 - Cromatograma relativo à amostra de leite gordo.	105
Figura 41 – Cromatograma relativo à amostra de amendoim com piri-piri.	108
Figura 42 – Cromatograma relativo à amostra de ovos com ómega 3.	112
Figura 43 – Cromatograma relativo ao óleo de girassol.	115

Índice de Tabelas

Tabela 1 - Percentagem recomendada para a ingestão diária dos diferentes ácidos gordos, expressa em percentagem total de energia ingerida. ²	13
Tabela 2 - Teor em CLA de alguns alimentos animais e vegetais. ³⁹	18
Tabela 3 – Quantidade de amostra a pesar consoante o teor de matéria gorda.	26
Tabela 4 - Resultados essenciais para o cálculo do factor de resposta Ri.	33
Tabela 5 – Resultados da composição em ácidos gordos, obtidos experimentalmente, das doze réplicas e comparação com os resultados da avaliação interlaboratorial para a amostra Patê à Tartinier.	35
Tabela 6 – Resultados da matriz Patê à Tartinier com as respectivas médias.	37
Tabela 7 - Resultados obtidos experimentalmente para as doze réplicas efectuadas e comparação com os resultados da avaliação interlaboratorial para a amostra Mélange Nutritif	39
Tabela 8 - Resultados calculados da matriz “Mélange Nutritif” e respectivas médias.	41
Tabela 9 - Resultados das doze réplicas analisadas e comparação com os resultados da avaliação interlaboratorial para a amostra Plat cuisiné à base de viande.	42
Tabela 10 - Resultados calculados da matriz Plat cuisiné à base de viande com as respectivas médias.	44
Tabela 11 - Resultados calculados para posterior cálculo dos ácidos gordos saturados, monoinsaturados, polinsaturados e da matéria gorda da amostra de fiambre.	47
Tabela 12 - Teores em ácidos gordos e gordura da amostra de fiambre, obtidos pelos dois métodos.	48
Tabela 13 - Teores em ácidos gordos e gordura das amostras de leite gordo, queijo, amendoim e ovos obtidos pelos dois métodos.	49
Tabela 14 - Perfil de ácidos gordos de um óleo de girassol para os dois métodos.	50
Tabela 15 - Resultados essenciais para o cálculo do factor de resposta Ri.	57
Tabela 16 – Massas das amostras utilizadas para a validação do Patê à Tartinier.	59
Tabela 17 - Massas das amostras utilizadas para a validação do Mélange Nutritif.	59
Tabela 18 - Massas das amostras utilizadas para a validação do Plat cuisiné.	60
Tabela 19 - Resultados calculados para posterior cálculo dos ácidos gordos saturados, monoinsaturados, polinsaturados e da matéria gorda da matriz “Patê à Tartinier A”.	62
Tabela 20 - Resultados calculados para posterior cálculo dos ácidos gordos saturados, monoinsaturados, polinsaturados e da matéria gorda da matriz “Mélange Nutritif C”.	71
Tabela 21 - Resultados calculados para posterior cálculo dos ácidos gordos saturados, monoinsaturados, polinsaturados e da matéria gorda da matriz “Mélange Nutritif F”.	72
Tabela 22 - Resultados calculados para posterior cálculo dos ácidos gordos saturados, monoinsaturados, polinsaturados e da matéria gorda da matriz “Plat cuisiné F”.	80
Tabela 23 - Resultados calculados para posterior cálculo dos ácidos gordos saturados, monoinsaturados, polinsaturados e da matéria gorda da matriz “Plat cuisiné K”.	81

Tabela 24 - Resultados relativos à amostra de fiambre com os respectivos teores em ácidos gordos saturados, monoinsaturados, polinsaturados e % matéria gorda obtida pelo método gravimétrico.	86
Tabela 25 - Resultados relativos à amostra de queijo com os respectivos teores em ácidos gordos saturados, monoinsaturados, polinsaturados e % matéria gorda obtida pelo método gravimétrico.	90
Tabela 26 - Resultados relativos à amostra de leite gordo com os respectivos teores em ácidos gordos saturados, monoinsaturados, polinsaturados e % matéria gorda obtida pelo método gravimétrico.	93
Tabela 27 - Resultados relativos à amostra de amendoim com piri-piri com os respectivos teores em ácidos gordos saturados, monoinsaturados, polinsaturados e % matéria gorda obtida pelo método gravimétrico.	95
Tabela 28 – Resultados relativos à amostra de ovos com ómega 3 com os respectivos teores em ácidos gordos saturados, monoinsaturados, polinsaturados e % matéria gorda obtida pelo método gravimétrico.....	97
Tabela 29 - Resultados relativos à amostra de óleo de girassol com os respectivos teores em ácidos gordos saturados, monoinsaturados, polinsaturados e % matéria gorda obtida pelo método gravimétrico.....	99
Tabela 30 - Resultados calculados para posterior cálculo dos ácidos gordos saturados, monoinsaturados, polinsaturados e da matéria gorda da amostra de queijo.	102
Tabela 31 – Resultados obtidos para a amostra de queijo por aplicação do método novo.....	103
Tabela 32 - Resultados calculados para posterior cálculo dos ácidos gordos saturados, monoinsaturados, polinsaturados e da matéria gorda da amostra de leite gordo.	106
Tabela 33 - Resultados obtidos para a amostra de leite gordo por aplicação do método novo.	107
Tabela 34- Resultados calculados para posterior cálculo dos ácidos gordos saturados, monoinsaturados, polinsaturados e da matéria gorda da amostra de amendoim.	109
Tabela 35 - Resultados obtidos para a amostra de amendoim com piri-piri por aplicação do método novo.....	110
Tabela 36 - Resultados calculados para posterior cálculo dos ácidos gordos saturados, monoinsaturados, polinsaturados e da matéria gorda da amostra de ovos com ómega 3.	113
Tabela 37 - Resultados obtidos para a amostra de ovos com ómega 3 por aplicação do método novo.....	114

1. Introdução e Enquadramento do trabalho

A alimentação da população portuguesa sofreu, nos últimos anos, alterações significativas. A livre e fácil circulação dos produtos alimentares e a falta de tempo livre para a confecção de refeições saudáveis substituiu a tão saudável alimentação mediterrânica pela “cultura do fast food”. As dietas hipercalóricas passaram a ser privilegiadas nos países industrializados e são, provavelmente, as responsáveis pelo aumento das doenças cardiovasculares¹.

Actualmente, e graças não só à investigação na área alimentar, mas também à divulgação de informação e à crescente modernização da indústria alimentar, os consumidores estão cada vez mais atentos e exigentes relativamente à qualidade dos alimentos e aos seus benefícios na manutenção da saúde e prevenção da doença².

Em linha com a preocupação referida anteriormente, surgem algumas tendências preocupantes que, se seguidas com rigor, poderão conduzir à quase extinção de certos géneros alimentícios. Estão neste caso os produtos de origem animal, nomeadamente a carne de bovino. Por norma, este tipo de produtos está associado negativamente à saúde, devido, entre muitos outros factores, ao seu teor de gordura. Tal situação não deverá indicar que este alimento seja banido da nossa alimentação, mas sim ingerido com moderação.

Na realidade, a carne é uma fonte importante de nutrientes, como o ferro, o selénio e as vitaminas A, B12 e ácido fólico³. Recentemente, os investigadores têm focado a sua atenção na gordura (ácidos gordos saturados, monoinsaturados e polinsaturados), em particular nos ácidos gordos essenciais e nos isómeros do ácido linoleico conjugado (CLA), uma mistura de isómeros posicionais e geométricos do ácido linoleico com actividade biológica importante⁴. A todos os ácidos gordos estão associadas propriedades benéficas e prejudiciais que serão desenvolvidas ao longo deste capítulo.

O objectivo deste trabalho consistiu na implementação e validação de um novo método de avaliação da composição em ácidos gordos. Para isso foi necessário o desenvolvimento de uma metodologia analítica que permitisse a correcta avaliação do perfil em ácidos gordos e a quantificação simultânea do teor total de gordura da matriz. Seguiu-se a comparação do método implementado com o método usado na empresa onde decorreu o trabalho/estágio. Posteriormente procedeu-se ao tratamento estatístico dos dados, tentando encontrar uma correlação entre os resultados obtidos.

1.1. A Empresa

O estudo que se apresenta foi desenvolvido na empresa SILLIKER Portugal, S.A. Trata-se de uma empresa independente e que presta serviços no sector agro-alimentar. Iniciou a sua actividade em 1993, no lugar da Rechousa, Vila Nova de Gaia. Entre a sua formação e Março de 2008, a empresa era denominada EGI – Sociedade de Engenharia e Gestão da Qualidade Industrial, Lda. A união efectuou-se através da aquisição, por parte do grupo SILLIKER de 80% das acções da EGI, e a nova entidade adquiriu a designação referida acima. A empresa adquiriu novas instalações em Abril de 2005, estando agora situada na freguesia de Canelas (figura 1), também do concelho de Vila Nova de Gaia. O grupo SILLIKER está actualmente presente em 15 países e dedica-se a ajudar empresas em todo o mundo a encontrar soluções para os desafios actuais do sector.



Figura 1 - Instalações da Silliker Portugal, S.A.

São vários os especialistas que constituem a equipa da SILLIKER Portugal, distribuídos pelas diversas áreas do sector alimentar. A garantia da qualidade dos serviços que oferece é baseada na competência da sua equipa, na adequação dos métodos, na actualização permanente de procedimentos e equipamentos e no sistema de melhoria contínua. A estrutura da empresa permite oferecer uma ampla gama de serviços, nomeadamente análise microbiológica, química e sensorial, consultadoria em segurança alimentar e desenvolvimento, auditorias, rotulagem e legislação. Todo o trabalho desenvolvido tem como objectivo final a satisfação dos clientes. Está integrada no Sistema Português da Qualidade desde 1993 pela acreditação do seu laboratório (Certificado nº L0087) e mantém como parte do serviço, um firme compromisso com a qualidade e identificação das necessidades dos clientes.

As suas instalações estão distribuídas por um único piso repartido em duas grandes áreas: Laboratorial e Administrativa. Os laboratórios de análises físico-químicas, microbiológicas, métodos instrumentais de análise e análise sensorial, encontram-se equipados com meios técnicos adequados e uma equipa de técnicos especializados habilitados a realizar múltiplas técnicas de análise. O departamento de assessoria técnica está vocacionado para as áreas do HACCP, Qualidade, Higiene e Segurança Alimentar, Formação Profissional e Desenvolvimento.

A empresa possui no seu quadro pessoas habilitadas à realização de inúmeros ensaios, tanto sob o ponto de vista físico-químico como microbiológico.

O laboratório de físico-química está dividido em duas unidades independentes, sendo elas, físico-química, onde são executadas todas as técnicas clássicas de análise, e métodos instrumentais, onde são realizadas técnicas cromatográficas e espectrofotométricas.

O laboratório de físico-química realiza um elevado número de análises que permitem:

- ✓ verificar a conformidade relativamente a cadernos de encargos, especificações e legislação portuguesa e comunitária (avaliação da conformidade dos resultados);
- ✓ estabelecer e controlar os parâmetros nutricionais dos alimentos;
- ✓ apoiar o controlo da produção das indústrias agro-alimentares;
- ✓ efectuar o controlo de alergéneos;
- ✓ efectuar o controlo de organismos geneticamente modificados (OGM);
- ✓ garantir a inocuidade dos alimentos através da análise de contaminantes.

O laboratório de microbiologia foi projectado dentro das exigências e padrões internacionais. Conta com a melhor tecnologia e com um grupo de trabalho experiente, de modo a garantir a fiabilidade esperada pelos clientes. Actualmente, sabe-se que todos os anos, milhares de pessoas são afectadas por intoxicações alimentares, apesar de toda a evolução dos conhecimentos científicos e tecnológicos disponíveis¹.

1.2. Consumo de gorduras em Portugal e no Mundo

A alimentação portuguesa tem características regionais (mesmo sendo Portugal um país relativamente pequeno) e sofreu alterações ao longo dos anos. Ainda se associa à “dieta mediterrânica” o consumo de cereais, leguminosas, hortaliças, legumes, frutos, arroz e batatas, e a ingestão moderada de peixe, carne e ovos. A gordura mais utilizada era o azeite e faziam-se 5 refeições diárias, sendo as principais acompanhadas por vinho⁵.

Segundo o Instituto Nacional de Estatística (INE)^{III}, entre 2003 e 2008, acentuaram-se os desequilíbrios na dieta alimentar dos portugueses. O consumo excessivo de carne, pescado, ovos, óleos e gorduras, e a diminuição do consumo de frutos, hortícolas e leguminosas secas, caracterizaram a alimentação portuguesa nesse período.

A balança alimentar portuguesa (BAP), enquanto instrumento analítico de natureza estatística, permite retratar a evolução e o perfil do consumidor nacional em termos de produtos, nutrientes e calorias, através da disponibilização de informação com as disponibilidades alimentares e nutricionais do país.

De acordo com a BAP as quantidades diárias de produtos alimentares e bebidas disponíveis para consumo, no mesmo período, correspondiam em média a 3883 kcal. Este valor reflectiu um aumento de 4% face à década de 90, e ultrapassou largamente o valor médio recomendado para consumo diário de um adulto (2000 a 2500 kcal). Esta análise está concordante com o diagnóstico efectuado em 2005/ 2006, que referia que 51% da população portuguesa com mais de 18 anos tinha excesso de peso ou obesidade.

A figura 2 apresenta a comparação das disponibilidades diárias *per capita*, em 2008, com o padrão alimentar saudável. Esta coloca em evidência a distorção que a alimentação nacional provoca na roda dos alimentos. Verifica-se que o maior desvio ocorre no grupo da “carne, pescado e ovos” com uma disponibilidade acima da média de 11 pontos percentuais (p.p.) e no grupo dos hortícolas com uma deficiência de 10 p.p.. Nos restantes grupos verifica-se um consumo abaixo da média para o caso dos “frutos” (- 6 p.p.) e das “leguminosas secas” (- 3 p.p.). É ainda necessário salientar que nos grupos dos “cereais e tubérculos” e dos “lacticínios” as disponibilidades para os respectivos consumos estão próximas do padrão alimentar aconselhado.

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

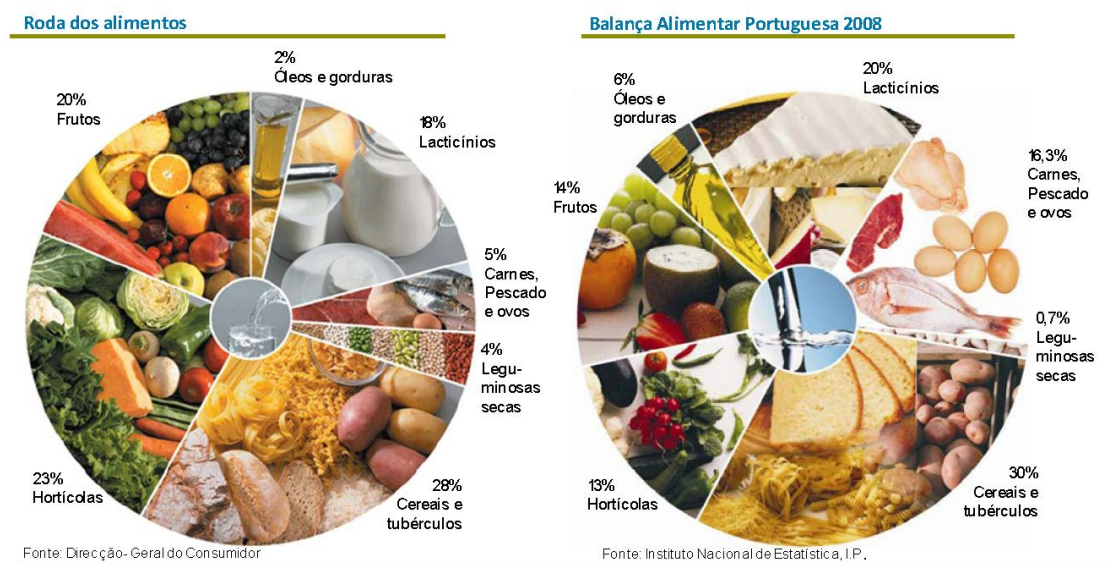


Figura 2 - Comparação das disponibilidades diárias, *per capita* em 2008, com o padrão alimentar saudável^{III}.

Comparando estes resultados com os da década de 90, verificou-se que a dieta alimentar portuguesa está a afastar-se dos princípios básicos de uma alimentação saudável: variedade, equilíbrio e moderação. Aumentou o consumo de “óleos e gorduras” e “carne, pescado e ovos” e diminuiu o grupo das “leguminosas secas”, o que veio acentuar os desequilíbrios alimentares da população portuguesa. Apesar destes resultados, constatou-se uma evolução positiva nos grupos dos “frutos” e “hortícolas” devido ao aumento da sua disponibilidade. Verificou-se ainda um decréscimo no grupo dos “cereais e tubérculos”, o que é favorável, uma vez que se aproxima dos valores preconizados pela roda dos alimentos. Estas conclusões podem ser visualizadas na figura 3.

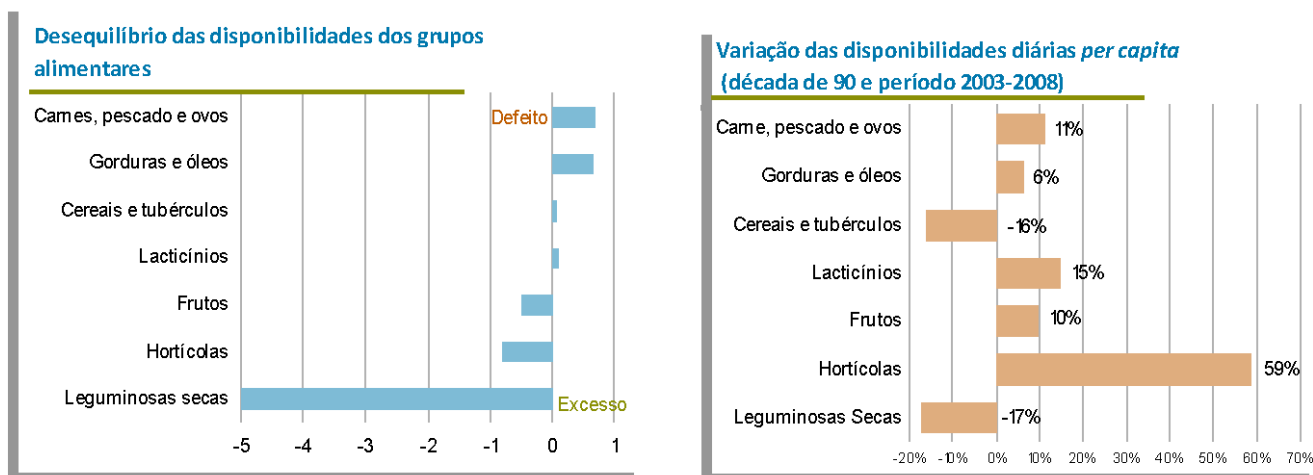


Figura 3 - Dados relativos ao desequilíbrio das disponibilidades dos grupos alimentares assim como as respectivas variações diárias *per capita*^{III}.

Outro estudo realizado pelo INE confirmou que os produtos de origem animal estão cada vez mais presentes na mesa da população portuguesa. No período entre 2003 e 2008, a disponibilidade para o consumo de produtos de origem animal cresceu a uma taxa média anual de 1,1 %, por oposição aos de origem vegetal que diminuiu em 0,7 % (figura 4). É de referir que esta tendência já se verifica desde a década de 90, pelo que parece ter tendência para agravar.

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

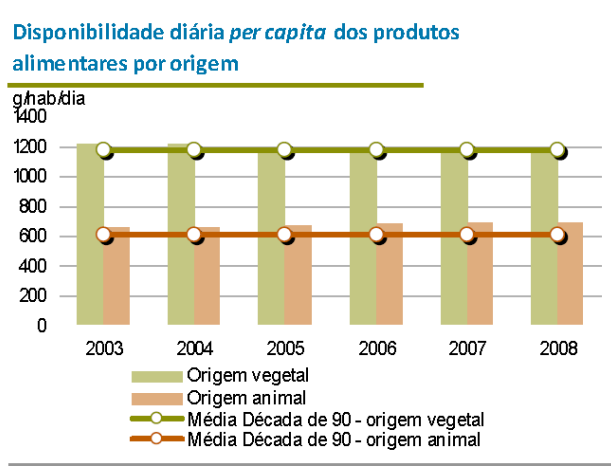


Figura 4 - Disponibilidade diária, per capita, dos produtos alimentares de origem animal e vegetal^{III}.

Pela análise da figura 4 pode-se concluir que com o aumento do consumo de produtos de origem animal (existe uma maior quantidade de proteínas ingeridas que representam um teor biológico mais elevado) aumenta, conseqüentemente, o consumo de gorduras saturadas, visto que estas estão intimamente ligadas aos produtos de origem animal.

Em 2008, por cada 4,5g de gorduras animais consumiam-se 5,5g de gorduras vegetais, mas na década de 90 esta relação era de 4 para 6 g (figura 5).

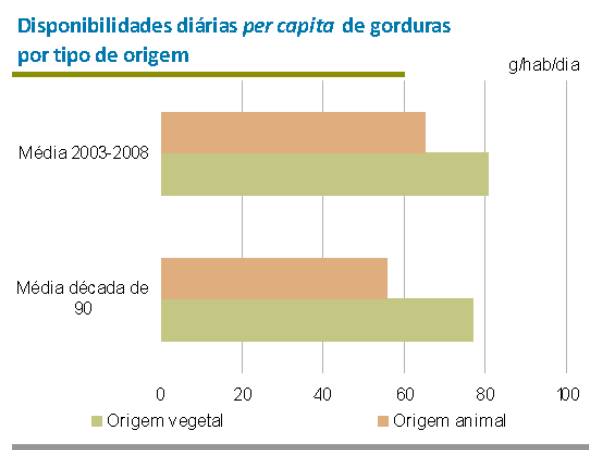
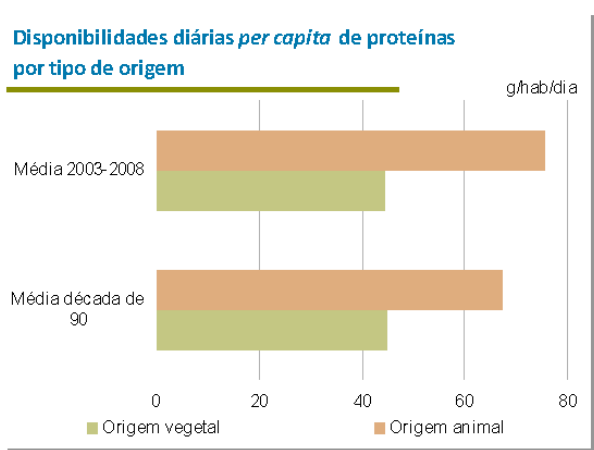


Figura 5 - Disponibilidades diárias per capita de proteínas e gorduras por tipo de origem^{III}.

Assim, considerando as recomendações da Organização mundial de Saúde (OMS) de um máximo de 10% ^{II} do total de calorias ingeridas obtidas a partir das gorduras saturadas, sem que haja risco para a saúde, em 2008 a dieta portuguesa já excedia esta recomendação (16%). Este número é, particularmente importante, porque o aumento do consumo de gordura saturada está associado ao aumento do risco de doenças cardiovasculares. É ainda necessário referir que estas foram consideradas a maior causa de morte em 2008, cerca de 32%, segundo as estatísticas da saúde^{III}.

Relativamente ao consumo de gordura no Mundo nos anos 2001-2003, pela análise da figura 6 verifica-se que é nos continentes mais desenvolvidos onde existe um maior consumo de gordura (é o caso da América do Norte, da Europa e da Austrália) e, portanto, um maior risco de doenças associadas a problemas cardiovasculares, diabetes e hipertensão. Segundo dados da OMS, o número de obesos vem aumentando, sendo a obesidade já considerada uma

epidemia a nível global. Por exemplo, nos Estados Unidos, mais de 60% da população tem excesso de peso, sendo que 30% são classificados obesos.

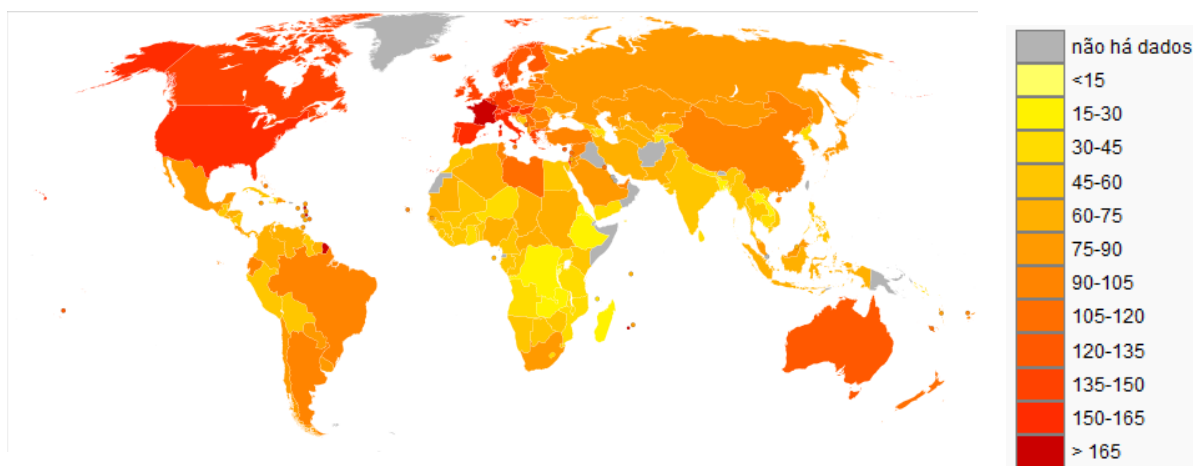


Figura 6 - Mapa de consumo de gordura (g/pessoa/dia) por país em 2001-2003 onde a média mundial foi de 78 g/pessoa/dia^{IV}.

1.3. A importância do estudo das gorduras

O papel dos lípidos dos alimentos na nutrição humana é uma das mais importantes áreas de preocupação e de investigação no campo da ciência nutricional. O resultado desta investigação tem implicações para os consumidores, profissionais de saúde e educadores, assim como para os produtores de alimentos, processadores e distribuidores.

As gorduras são constituintes das margarinas, manteigas e molhos. Todos os alimentos, naturalmente, possuem uma determinada quantidade de gordura, que varia com diversos factores. Ainda assim, os alimentos transformados possuem muitas vezes quantidades adicionais de gorduras. É o caso dos produtos de padaria, produtos lácteos, doces e sobremesas, além dos já referidos anteriormente (Figura 7).



Figura 7 - Alguns exemplos de alimentos transformados, que possuem elevadas quantidades de gordura adicionada.

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

Os óleos/gorduras que existem na natureza são misturas de substâncias diferentes, que têm como característica comum serem insolúveis em água. Podem considerar-se 3 classes de lípidos especialmente importantes na alimentação: os fosfolípidos (constituintes das membranas celulares), o colesterol (faz parte do grupo dos esteróis) e os triglicéridos (ou triacilgliceróis) que são os mais abundantes em todos os tipos de óleos ou gorduras.

O tecido adiposo, onde se acumulam as substâncias lipofílicas (lipossolúveis) do organismo, foi considerado, durante muito tempo, apenas uma reserva energética, sem funções activas. Mais recentemente, verificou-se que este tecido tem, entre outras, funções hormonais que sinalizam várias acções, como por exemplo a nível do controlo de açúcar no sangue, influenciando o aparecimento e controlo da diabetes. É, por isso, que os teores de gordura podem afectar várias funções do organismo. Parece consensual que o aumento de tecido adiposo abdominal (à volta da cintura) está associado com um maior risco de desenvolvimento de doença cardíaca, acidentes vasculares cerebrais (AVC), diabetes, doença da vesícula biliar e alguns tipos de cancro. O tecido adiposo também colabora na regulação da temperatura corporal, e ao mesmo tempo envolve os órgãos (como o coração e os rins), protegendo-os dos choques.

Cada grama de gordura ingerida fornece 9 kcal (o álcool 7 kcal e os hidratos de carbono e proteínas apenas 4 kcal), sendo esta essencial como fonte de energia. É ainda fonte de substâncias bioactivas, lipossolúveis, com actividade metabólica, como é o caso das vitaminas A, D, E e K. Como tal, é fundamental à sobrevivência da espécie humana. No organismo as gorduras desempenham ainda funções estruturais, por fazerem parte das membranas celulares.

Na alimentação (alimentos cozinhados) as gorduras são fundamentais para o sabor e textura, melhorando as características organolépticas do alimento, tornando-o fonte de sabor e prazer. Outra vantagem, e devido à sua densidade energética, criam uma sensação de saciedade durante mais tempo. Por outro lado, a sua presença evita que as proteínas sejam usadas como fonte de energia.

Em conclusão, as gorduras devem fazer parte da alimentação humana, mas em proporções adequadas. De acordo com as recomendações devem ser ingeridos teores de gordura na ordem dos 25-30% das calorías ingeridas. O total de calorías fornecido pelas gorduras é depois distribuído pelas diferentes classes de ácidos gordos (saturados, mono e polinsaturados)⁶.

Vários componentes orgânicos, como os hidratos de carbono, as proteínas e os ácidos nucleicos são identificados pela presença comum de um grupo funcional, o que não acontece com os lípidos. Estes incluem diversos tipos de grupos funcionais nas suas moléculas: ésteres, amidas, álcoois, fosfatos, acetatos, entre outros. A classificação como lípido baseia-se na sua solubilidade em solventes orgânicos (apolares ou de baixa polaridade), como é o caso do tolueno, dioxano, éter de petróleo e tetracloreto de carbono. Por sua vez, são também insolúveis em água (triacilgliceróis) ou apresentam anfipatia, ou seja, possuem uma parte hidrofóbica e outra hidrofílica (a cabeça dos fosfolípidos é hidrofílica e as caudas são hidrofóbicas, permitindo a formação da bicamada fosfolipídica).

De acordo com a figura 8, os lípidos também podem ser classificados como hidrolisáveis ou não hidrolisáveis. Os primeiros, por clivagem hidrolítica, decompõem-se em duas ou mais moléculas simples, quando em presença de um ácido, uma base ou uma enzima digestiva. Todos os lípidos hidrolisáveis contêm, pelo menos, um grupo éster, sendo que alguns também contêm grupos amida, fosfato ou acetato. Os segundos não sofrem clivagem hidrolítica.

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

Os lípidos hidrolisáveis são constituídos pelos triacilgliceróis, ceras, glicerofosfolípidos e esfingolípidos e todos eles incluem na sua composição ácidos gordos. Os não hidrolisáveis incluem os esteróis, eicosanóis e vitaminas lipossolúveis⁷.

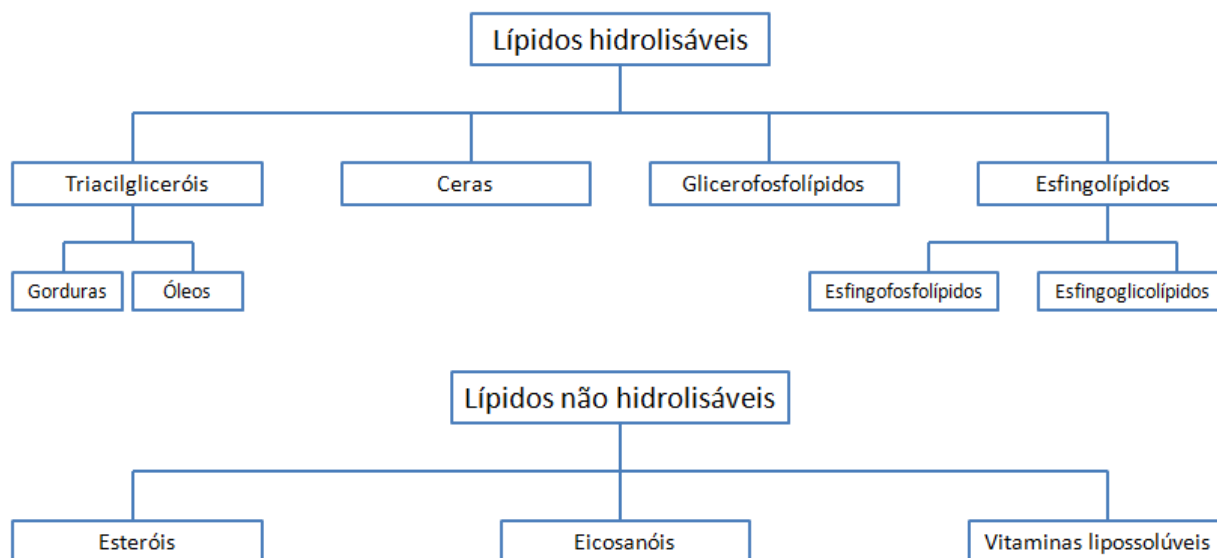


Figura 8 - Classificação dos lípidos.

Tal como referido anteriormente, existem três tipos de substâncias lipídicas especialmente importantes na alimentação: os fosfolípidos, o colesterol e os triglicéridos.

Os fosfolípidos fazem parte das membranas das células dos seres vivos, sendo os principais constituintes dos neurónios. As membranas celulares são responsáveis pela formação de uma fronteira que separa o meio exterior do interior. Os fosfolípidos são essenciais no fluxo de substâncias para o interior das células – os nutrientes celulares – e na saída de substâncias produzidas pelas células para o meio envolvente. São pouco abundantes na alimentação, sendo os maiores fornecedores as vísceras, a gema de ovo e a soja.

Os mais comuns são os glicerofosfolípidos, compostos por dois ácidos gordos e um grupo fosfato ligados a uma molécula de glicerol por ligação éster, à semelhança do que acontece com os triacilgliceróis.

Existem também os esfingolípidos (possuem apenas um ácido gordo) e utilizam a esfingosina em vez de glicerol. No entanto, nem todos os esfingolípidos possuem um grupo fosfato, pelo que nem todos são considerados fosfolípidos. A presença do grupo fosfato, um grupo polar, nestas moléculas confere-lhes uma característica muito importante: em vez de serem totalmente apolares como os triacilgliceróis, são anfipáticas, ou seja, possuem uma zona polar e outra apolar. Assim, numa solução aquosa, as moléculas anfipáticas tendem a agrupar-se para que as suas partes apolares não estejam em contacto directo com as moléculas de água, ficando os grupos polares em contacto com esta.

O colesterol é o esteroide característico dos animais (zoosterol) e é uma molécula essencial ao corpo humano. Estruturalmente é a base de muitas outras substâncias como a vitamina D, as hormonas sexuais (por exemplo os estrogéneos) e os ácidos biliares segregados pela vesícula biliar. O colesterol do organismo humano pode ter duas origens: endógena, produzido pelo próprio organismo, ou exógena, ingerido na dieta. Isto explica porque muitas pessoas não

conseguem baixar os níveis de colesterol, mesmo tendo cuidado com a alimentação, pois são elas próprias que o produzem em excesso.

Frequentemente, refere-se que o colesterol plasmático pode ser mau ou bom. Neste caso está a falar-se nas moléculas transportadoras do colesterol de e para a célula, as lipoproteínas. A colesterol-HDL (lipoproteína de alta densidade) transporta o colesterol para o fígado onde é eliminado. A colesterol-LDL (lipoproteína de baixa densidade) é a responsável pelo transporte do colesterol do fígado para as células. É por isso que os efeitos na saúde são tão diferentes: a HDL é protectora do sistema cardiovascular, e a LDL aumenta o risco de doença. A ingestão de colesterol é útil, desde que moderada, embora o organismo tenha a possibilidade de produzir o que faltar.

Os triacilgliceróis, também denominados por triglicéridos, correspondem a 90% da gordura corporal. Todas as gorduras animais tais como a carne de vaca, porco e derivados, a manteiga e os óleos vegetais como o azeite, amendoim, e girassol, são constituídas por triacilgliceróis. Estes podem ser simples ou mistos, conforme sejam compostos por apenas um tipo de ácido gordo ou diferentes ácidos gordos e pelo comprimento da sua cadeia (figura 9).

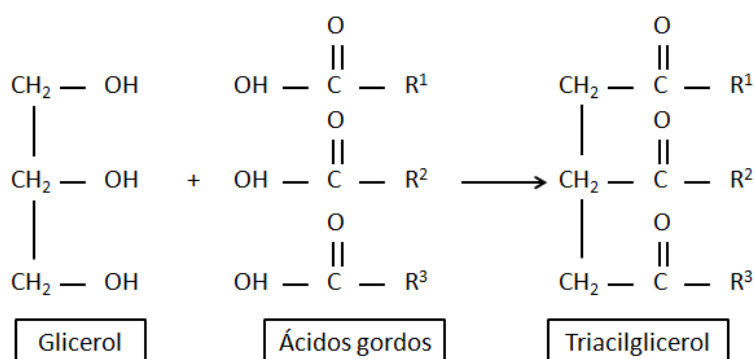


Figura 9 - Formação do triacilglicerol por esterificação do glicerol com ácidos gordos.

Com isto, sabe-se que cada triglicérido é constituído por três moléculas de ácidos gordos, que podem variar no grau de insaturação (saturadas, monoinsaturadas ou polinsaturadas e *trans* – capítulo desenvolvido mais à frente) e no seu tamanho (cadeia curta, média ou longa).

1.4. Ácidos Gordos

Os ácidos gordos são derivados de hidrocarbonetos compostos por um grupo carboxílico (-COOH) ligado a um radical alquilo de cadeia saturada ou insaturada. Tal como já foi referido, os ácidos gordos são uma importante fonte de energia para as células, sendo estes armazenados no tecido adiposo sob a forma de triglicéridos. Estes são também precursores dos fosfolípidos e muitos outros lípidos com diversas funções. Direcționam algumas proteínas para determinados locais do organismo por ligação covalente com estas e também funcionam como hormonas e mensageiros intracelulares. Se os ácidos gordos não estiverem ligados a mais nenhuma molécula são designados por ácidos gordos livres ⁸.

As propriedades físicas dos ácidos gordos são maioritariamente determinadas pelo tamanho da cadeia e pelo número de ligações duplas. Apesar de possuírem um grupo hidrofílico na sua constituição, a maioria dos ácidos gordos são insolúveis em água, devido à cadeia de carbonos. A temperatura de fusão varia de forma semelhante mas inversa: quanto maior for a cadeia e menor for o número de ligações duplas, maior é a temperatura de fusão. A razão para este comportamento prende-se com o empacotamento das moléculas. A cadeia alifática dos ácidos

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

gordos saturados é, praticamente, linear e bastante mais flexível do que cadeias que apresentem ligações duplas, o que permite que as moléculas se disponham de maneira a maximizar o número de interações. Assim, quanto maior o número de interações entre as moléculas, mais energia será necessário fornecer ao sistema para quebrar estas ligações, o que se traduz num aumento do ponto de fusão. No caso dos ácidos gordos insaturados, a presença de uma ligação dupla leva a uma torção na cadeia, o que dificulta o empacotamento, e desta forma, as interações entre as moléculas são mais fracas. Assim, a conformação linear dos ácidos gordos saturados permite que estes interajam mais fortemente uns com os outros. Pelo contrário, os ácidos gordos insaturados apresentam um empacotamento não tão perfeito, e por isso, as interações são mais fracas ⁹.

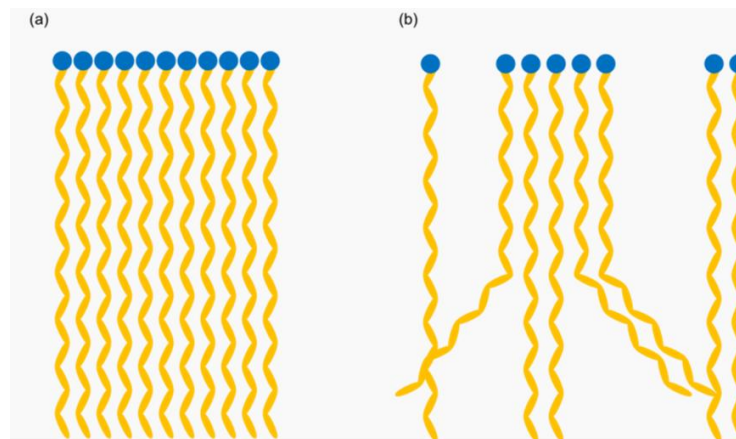


Figura 10 - Diferenças de empacotamento de ácidos gordos saturados (a) e de uma mistura de ácidos gordos saturados e insaturados (b).

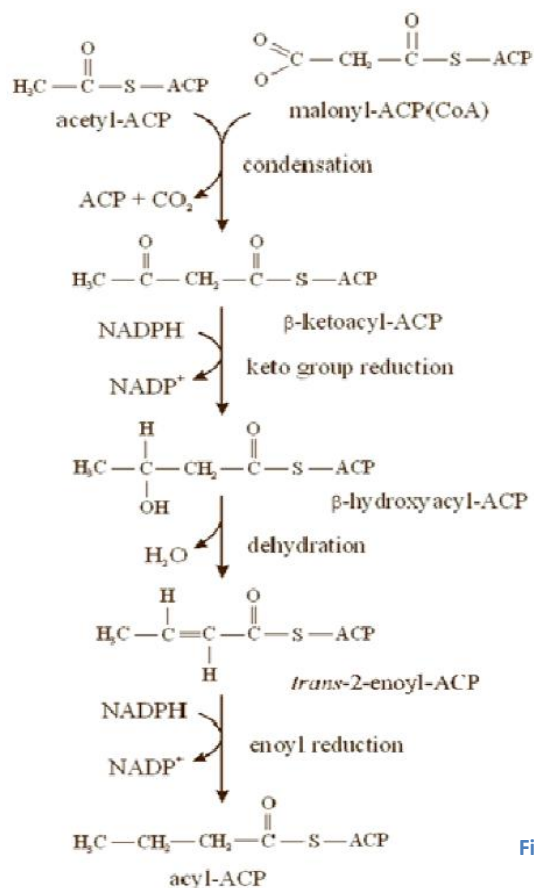


Figura 11 - Primeiro ciclo de síntese de ácidos gordos¹⁰.

Assim, torna-se fácil compreender a verdadeira importância destes elementos para a saúde e para a manutenção do equilíbrio e funcionamento corporal. Os ácidos gordos são produzidos por condensação de unidades malonil-CoA. Assim, uma unidade acetilo e outra malonilo conjugam-se, formando um fragmento de quatro carbonos, que é posteriormente reduzido, desidratado e novamente reduzido, formando um carbonil-Butiril CoA. Seguidamente um grupo malonilo activado condensa-se com a unidade butirilo. O processo repete-se até à formação do ácido gordo^{11,12}. A figura 11 ilustra todo o processo referido anteriormente.

A cadeia alifática dos ácidos gordos pode variar entre 2 e 36 carbonos. No entanto, os ácidos gordos predominantes têm um número par de átomos de carbonos, e maioritariamente com 14, 16, 18 ou 20. Os ácidos gordos podem ser classificados como saturados ou insaturados, dependendo da presença ou não de ligações duplas C-C. Assim, se um determinado ácido gordo apresentar uma ou mais ligações duplas, este será classificado como insaturado ou polinsaturado (se tiver mais que uma), enquanto um que não apresente qualquer ligação dupla será saturado (figura 12).

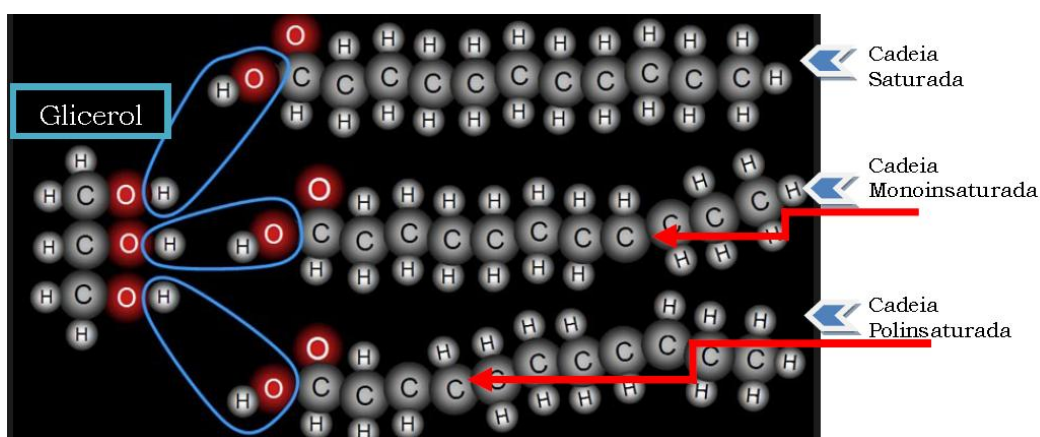


Figura 12 - Exemplos de cadeias saturadas e insaturadas^V.

A classificação destes compostos é feita de acordo com o comprimento da cadeia carbonada, o número, a posição e a configuração das ligações duplas. Existem duas nomenclaturas diferentes para designar os ácidos gordos. É frequente dar prioridade à localização da ligação dupla mais próxima do grupo terminal metilo. As fórmulas dos ácidos gordos apresentam-se, normalmente, de forma simplificada, segundo a fórmula $n_1:n_2n_3$, indicando n_1 o número de átomos de carbono, n_2 o número de ligações duplas e n_3 o número do átomo de carbono entre o grupo terminal metilo e a primeira ligação dupla. Assim, por exemplo, o ácido oleico, cuja fórmula estrutural é $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$, também designado por Octadec-9-enóico, é descrito em nomenclatura abreviada por 18:1 ω 9 (ou 18:1n9)⁷.

Desta forma é possível distinguir os ácidos gordos saturados, dos monoinsaturados e dos polinsaturados.

Assim, os ácidos gordos saturados não apresentam qualquer tipo de insaturação. Constituem entre 10 a 40% do total de ácidos gordos dos lípidos naturais. Os mais abundantes nos tecidos animais e vegetais são compostos por 14, 16 e 18 átomos de carbono, embora todos os homólogos pares e ímpares com 2 a 36 átomos de carbono já tenham sido encontrados na natureza sob a forma esterificada. Como já foi referido anteriormente, estes apresentam uma temperatura de fusão relativamente elevada, quando comparados com os restantes e são os responsáveis pela rigidez das membranas celulares¹³. A ingestão de ácidos gordos saturados eleva os níveis de colesterol e de triglicéridos no sangue. Os alimentos que os contêm são principalmente as carnes, vísceras e derivados (enchidos, patés, toucinho), o leite, o queijo

gordo e as gorduras lácteas (manteiga e nata). Também estão presentes nas gorduras do côco e no óleo de palma.

Os ácidos gordos monoinsaturados, com apenas uma ligação dupla, constituem uma parte significativa dos lípidos naturais. Normalmente a ligação dupla é na forma *cis*, embora em alguns também apareça na forma *trans*, principalmente em ruminantes. Tanto nos animais como nas plantas, os ácidos gordos monoinsaturados mais abundantes são os compostos de cadeia linear com 18 ou 16 átomos de carbono, sendo possível encontrar análogos esterificados desde 10 a 36 átomos de carbono¹⁴. O ácido oleico (C18:1) é o principal representante desta classe e é fornecido pelo azeite. Também está presente em grande quantidade no abacate e nos óleos alimentares, estando presente em todos os lípidos em valores variáveis.

Os ácidos gordos polinsaturados contêm mais do que uma insaturação. Estes ácidos gordos com ligações *cis* não conjugadas, separadas por um grupo metilo, são abundantes em todos os organismos. O número de ligações duplas varia de organismo para organismo, embora nas plantas o número de ligações duplas raramente excede as três. Nas algas e animais podem ir até 6 ligações duplas. As principais famílias são os derivados do ácido linoleico (9-*cis*, 12-*cis*-octadecadienóico, o principal representante dos ácidos gordos ómega 6) e do ácido α -linolénico (9-*cis*, 12-*cis*, 15-*cis*-octadecatrienóico, o principal representante dos ácidos gordos ómega 3). Estas duas famílias são designadas, sinteticamente, por n-6 e n-3 respectivamente, devido ao facto da primeira insaturação aparecer no carbono 6 e 3 contados a partir do grupo metilo terminal. Estes ácidos gordos estão maioritariamente presentes nos óleos vegetais (n-6) e em alguns peixes (n-3), sendo responsáveis pelo controlo dos níveis de colesterol total e de triglicéridos no sangue, diminuindo a probabilidade de formação de coágulos nas artérias^{15, 7}.

Tendo em conta que a grande maioria dos animais não conseguem produzir o ácido linoleico e α -linolénico, compreende-se que estes devam ser componentes essenciais da dieta¹⁶. A proporção de ácidos gordos das famílias n-6/n-3 é, igualmente, um factor importante na manutenção da saúde. Existem evidências substanciais, de que o aumento do consumo de ácidos gordos n-3 previne doenças cardiovasculares e que o consumo excessivo de ácidos gordos n-6, em detrimento dos n-3, promove o aparecimento de doenças crónicas. Foi demonstrado que os ácidos gordos n-3 afectam benéficamente a função das células envolvidas no processo arteriosclerótico; por um lado, modificam os produtos resultantes dos ecosanóides na via da cicloxigenase e da lipoxigenase; por outro, reduzem a produção de citocinas pró-inflamatórias e o factor de crescimento plaquetário, o que em conjunto previne a formação da placa de ateroma¹⁷.

Se, por um lado, os ácidos gordos são essenciais ao indivíduo, por outro podem estar associados a diversos tipos de doença, quando ingeridos de forma desproporcionada. Assim, a OMS estabeleceu os valores recomendados para a ingestão dos diversos tipos de gordura, os quais estão detalhados na tabela 1.

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

Tabela 1 - Percentagem recomendada para a ingestão diária dos diferentes ácidos gordos, expressa em percentagem total de energia ingerida².

Gordura total	<15-30%
Ácidos gordos saturados	<10%
Ácidos gordos polinsaturados n-6	<5-8%
Ácidos gordos polinsaturados n-3	<1-2%
Ácidos gordos <i>trans</i>	<1%

Tal como já foi referido, a classificação dos ácidos gordos insaturados baseia-se no número de ligações duplas. Denominados mono ou polinsaturados, pertencem a diferentes séries, definidas pela localização da primeira ligação dupla na cadeia de carbono a partir do grupo terminal metilo, identificada pela letra ω ou n. Assim, estes ácidos gordos podem pertencer à série ω -3, ω -6 e ω -9 ou n-3, n-6 e n-9.

Os ácidos gordos nutricionalmente mais importantes da série ω -3 são os ácidos α -linolénico (ALA, C18:3), eicosapentaenóico (EPA, C20:5) e docosahexaenóico (DHA, C22:6). O interesse por estes ácidos gordos surgiu em 1970, quando da observação de um grupo de Esquimós da Gronelândia, com um consumo diário e elevado de peixe. Estes apresentavam baixa incidência de doença coronária e uma baixa concentração de lípidos e lipoproteínas plasmáticas, verificando-se que as alterações não estavam relacionadas com factores genéticos, mas ambientais, e provavelmente relacionados com a dieta daquela população²⁰.

1.4.1. Ácidos gordos essenciais

Os ácidos gordos ω -3 estão relacionados com a redução moderada do teor de triglicéridos plasmáticos, por diminuírem a actividade de diacilglicerolaciltransferase, enzima implicada na síntese hepática de triglicéridos. Além disso, pelo facto de estarem relacionados em importantes vias regulatórias transcricionais, influenciam a síntese da lipoproteína lipase. Actuam na regulação da lipogénese, conjuntamente com receptores nucleares e factores de transcrição. Desta forma, aumentam a oxidação de ácidos gordos, diminuem a resistência à insulina e interferem no metabolismo hepático da glicose²¹.

Os ácidos gordos das séries ω -3 e ω -6 são precursores das prostaglandinas e leucotrienos, envolvidos em processos de coagulação e inflamação, respectivamente (figura 13). Os ω -6 participam na síntese de compostos com acção inflamatória, mas na presença de ω -3 esses compostos não têm essa acção, havendo competição na cadeia.

Através das dessaturases, o ácido linoleico é convertido a araquidónico e o α -linolénico a eicosapentaenóico. O ácido araquidónico é o precursor das prostaglandinas E2 (PGE2), leucotrienos B4 (LTB4), os quais são importantes eicosanóides pré-inflamatórios, e o tromboxano A2 (TXA2) que é um potente vasoconstritor e agregador plaquetário. Na outra via, o ácido eicosapentaenóico é convertido em prostaglandinas E3 (PGE3), leucotrieno B5 (LBT5) e o tromboxano A3 (TXA3), com acções anti-inflamatórias e antitrombóticas. Assim, os ω -3 e ω -6 competem por enzimas em vias metabólicas comuns. O ácido araquidónico (C20:4 n-6) é

também precursor da síntese de epóxidos, potentes vasoconstritores, e responsáveis pelo aumento do depósito de cálcio nas células endoteliais.

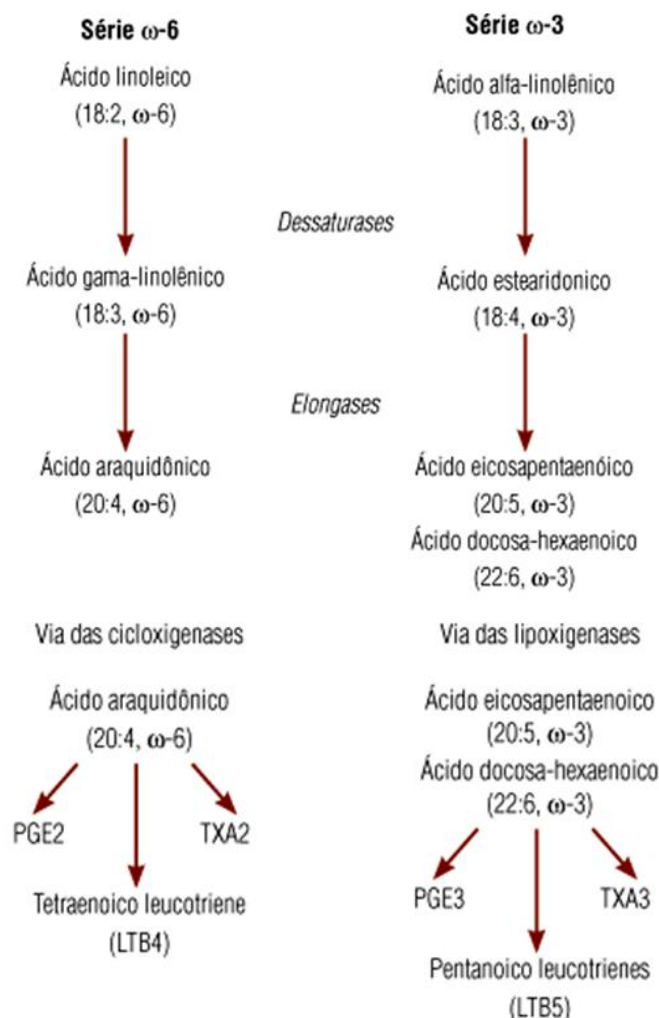


Figura 13 - Efeitos dos ácidos gordos araquidônico e eicosapentaenóico sobre a activação/ inibição da produção de mediadores inflamatórios²²

Os ácidos gordos eicosapentaenóico (EPA, C20:5) e docosa-hexaenóico (DHA, C22:6), da série ω-3, estão presentes na gordura dos peixes de águas frias e profundas. Pode-se referir que não são essenciais aos humanos pelo facto de serem sintetizados a partir do ácido α-linolênico.

Em suma, a ingestão adequada das duas séries de ácidos gordos (ω-3 e ω-6) garante o equilíbrio necessário ao controlo dos processos da coagulação e da inflamação²³.

1.4.2. Ácidos gordos trans

Um outro tipo de ácidos gordos, bastante importante na alimentação humana, inclui os ácidos gordos *trans*. Estes são isómeros geométricos de ácidos gordos *cis*, apresentando a mesma forma molecular, mas diferenciando-se na sua estrutura. Na ligação dupla *trans*, os dois átomos de hidrogénio estão ligados aos de carbono, localizados em lados opostos da cadeia, formando uma molécula linear, mais rígida, semelhante à de um ácido gordo saturado.

A configuração *trans* do ácido oleico é o ácido elaídico, originado principalmente no processo de hidrogenação industrial de lípidos insaturados. Os ácidos gordos *trans* podem ser sintetizados a partir da fermentação de bactérias no rúmen de ruminantes, sendo encontrados na carne e derivados e no leite²⁴. São produzidos também por hidrogenação catalítica, processo que se aplica aos óleos vegetais, com o objectivo de conferir maior consistência. A principal fonte de isómeros *trans* na dieta é a gordura vegetal hidrogenada, utilizada industrialmente na produção de biscoitos, bolachas recheadas, nuggets, gelados, tortas e alimentos comercializados em restaurantes "*fast-food*". Embora estes ácidos gordos sejam abundantes em alguns cremes para barrar, representam apenas 10% do consumo total de gorduras *trans*, sendo os alimentos industrializados a sua maior fonte.

O consumo de ácidos gordos *trans* está associado ao aumento dos níveis de colesterol (tal como a ingestão de ácidos gordos saturados), apresentando um efeito adverso adicional na redução da HDL²⁵.

Os ácidos gordos *trans*, por diminuição da produção de proteínas estimuladoras da acilação (ASP) aumentam os níveis de ácidos gordos livres na circulação. Estas proteínas relacionam-se com a captação de triglicéridos pelo adipócito e a sua redistribuição. Além disso, as ASP agem sobre a captação da glicose, independentemente da acção da insulina. Assim, a sua diminuição no plasma, provocada pelos ácidos gordos *trans*, poderia contribuir indirectamente para a resistência periférica à acção da insulina²⁶. Estas substâncias ainda elevam o risco de doença cardiovascular pela sua acção sobre factores de risco e também por acção directa no endotélio. Provocam lesão e morte deste por induzirem apoptose em células humanas por activação da via das caspases²⁷.

1.4.2.1. Ácido linoleico conjugado (CLA)

Um dos ácidos gordos mais importantes dentro da categoria dos ácidos gordos *trans* é o ácido linoleico conjugado (ou CLA – figura 14). O CLA corresponde a um conjunto de isómeros de ácidos gordos que ocorre, naturalmente, na carne de ruminantes. É o termo usado que permite descrever uma mistura de isómeros posicionais (7,9-; 8,10-; 9,11-; 10,12- ou 11,13-) e geométricos (*cis-cis*; *cis-trans*; *trans-trans* ou *trans-cis*) do ácido linoleico²⁸.

O CLA tem o mesmo comprimento da cadeia do ácido linoleico (18 átomos de carbono), mas com ligações duplas conjugadas (separadas por apenas um carbono). De todos os isómeros existentes, o *c9, t11* (ácido ruménico) é o predominante, correspondendo a pelo menos 60% do total de CLA da carne²⁹. Sabe-se que existem cerca de 24 isómeros do CLA na gordura animal³⁰, em diferentes proporções nos diferentes alimentos. É o caso do *t10, c12* presente no leite e seus derivados³¹. Na figura 15 está esquematizada a biossíntese do CLA.

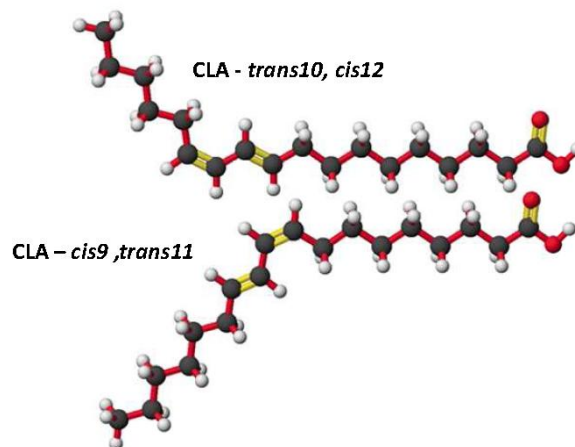


Figura 14 - Estrutura dos isómeros maioritários do ácido linoleico conjugado³².

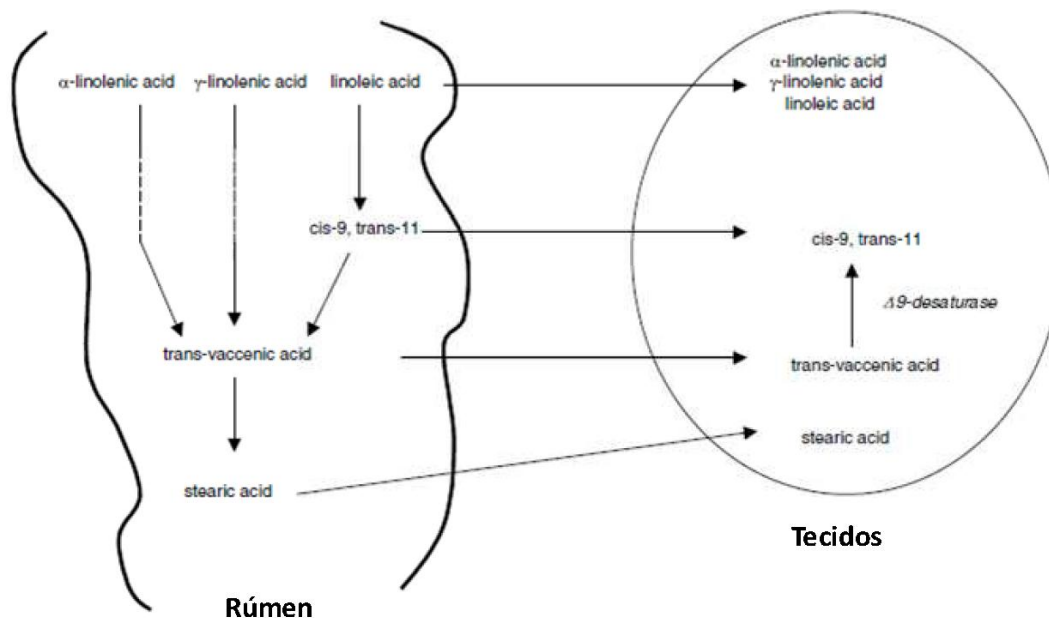


Figura 15 - Biossíntese do C18:2, c9,t11²⁸.

Na figura 15 está esquematizada a biossíntese do CLA. Este é produzido, principalmente, no rúmen, por isomerização ou bio-hidrogenação de ácidos gordos polinsaturados por bactérias. Pode igualmente ser produzido no tecido adiposo e na glândula mamária, por dessaturação de ácidos gordos *trans*. No rúmen existem vários microrganismos, entre eles a bactéria *Butyrivibrio fibrisolvens* que, por expressão das enzimas linoleato isomerase e CLA redutase, tem a capacidade de isomerizar as ligações duplas *cis* dos ácidos gordos polinsaturados, formando ligações conjugadas *cis/trans*. Estas reacções vão originar o ácido *trans*-vacénico (C18:1, t11), o qual será posteriormente hidrogenado a ácido esteárico, por outras bactérias do rúmen. Nesta reacção o isómero c9, t11, está presente como intermediário. A síntese endógena de CLA ocorre por acção da Δ9-dessaturase que promove uma dessaturação no Δ9 do ácido *trans*-vacénico (C18:1, t11) que passa a C18:2,c9, t11²⁸. Apesar da síntese endógena

ocorrer tanto em ruminantes como em não ruminantes, a disponibilidade do ácido *trans*-vacénico é maior nos ruminantes, devido à bio-hidrogenação no rúmen³³. Entre os não ruminantes que apresentam este tipo de biossíntese encontra-se o homem. No entanto, a fonte predominante de CLA parece ser a ingestão de carne e produtos cárneos, bem como leite e derivados³⁹.

Ao ácido linoleico conjugado têm sido atribuídas diversas propriedades benéficas: anticarcinogénica, antiaterogénica, antidiabética, modeladora do sistema imunitário, do metabolismo ósseo e reguladora da quantidade de tecido adiposo corporal³⁴. Muitas destas propriedades encontram-se comprovadas em animais e algumas têm sido exploradas nos humanos, especialmente na redução de peso³⁵.

No que respeita à prevenção da carcinogénese, pensa-se que o CLA actue por inibição da produção de prostaglandinas. Há estudos que observam o aumento da expressão da ciclooxigenase (COX) e a produção aumentada de prostaglandinas (PG) em casos de carcinoma colo-rectal. Foi igualmente descrito que ratos com mutações na COX-2 e humanos tratados com inibidores da COX-2 apresentavam uma redução na produção de PG, o que parece estar relacionado com a inibição do desenvolvimento deste tipo de cancro. Como o CLA e o ácido linoleico partilham o mesmo sistema enzimático para o alongamento da cadeia e dessaturação, ao aumentar o teor de CLA, ocorre a diminuição dos metabolitos do ácido linoleico. Assim, diminui a quantidade de araquidonato, um substrato para a COX e para a lipoxigenase, o que resulta na diminuição dos eicosanóides. Os receptores eicosanóides controlam a libertação de segundos mensageiros envolvidos na proliferação, diferenciação celular e apoptose. A super-expressão da COX-2 inibe a apoptose, o que vai levar ao crescimento e diferenciação exagerado das células, culminando em carcinogénese. Para além da hipótese do efeito anticarcinogénico dos CLA se dever à inibição da síntese de eicosanóides, existe ainda a possibilidade deste efeito estar relacionado com a modulação dos biomarcadores sensíveis aos ácidos gordos, como é o caso das PGE2 (prostaglandinas E2) e tromboxanos³⁶.

Segundo estudos efectuados⁴⁰, o CLA exerce a sua função imunomoduladora devido à acção sobre os macrófagos, factor de necrose tumoral- α (TNF- α) e interleucina 6 (IL-6). Estudos em ratos, levados a cabo pelo mesmo autor, mostraram a diminuição do nível basal destes 3 parâmetros. Quando em comparação com os grupos de controlo, verificou-se ainda o aumento das imunoglobulinas IgA, IgM e IgG.

Outra vertente dos CLA, amplamente explorada, é a sua relação com a redução de peso. Embora muitos estudos tenham já demonstrado que a suplementação da dieta com CLA reduz o ganho de peso, a deposição de gordura e o teor de gordura corporal em animais em crescimento, o mecanismo pelo qual isto ocorre ainda não foi totalmente explicado³⁷. Alguns estudos demonstram que a redução do teor de gordura do organismo está relacionada com a diminuição no tamanho dos adipócitos, resultado da inibição da diferenciação dos pré-adipócitos em adipócitos. Este mecanismo, associado com o aumento da lipoproteína lipase parece ser a causa da diminuição da deposição de gordura corporal. Como esta lipoproteína é responsável pela transformação dos triglicéridos em ácidos gordos, pode-se dizer que, para além de reduzir o peso, o CLA baixa os níveis de triglicéridos, de lipoproteínas de muito baixa densidade (VLDL) e de lipoproteínas de baixa densidade (LDL)³⁸.

Pela acção benéfica do CLA no organismo e pelo facto de ser obtido, principalmente, através da dieta, torna-se importante conhecer os alimentos em que se encontra. A tabela 2 indica o teor em CLA, em diferentes géneros alimentícios, animais e vegetais. Como se pode observar, os alimentos animais são, sem dúvida, os mais ricos, ocupando a carne de bovino um lugar de

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

destaque. Isto, conjugado com todas as funções biológicas acima apresentadas, dá-nos uma ideia do forte potencial benéfico da carne.

Tabela 2 - Teor em CLA de alguns alimentos animais e vegetais³⁹

	CLA (mg/ g gordura)	Cis 9,trans 11 (%)
Carne		
Bovino	2,9 – 4,9	79
Carneiro	5,6	92
Frango	0,9	84
Porco	0,6	82
Salmão	0,3	ND
Leite		
Vacas Leiteiras	5,5	92
Óleos vegetais		
Girassol	0,4	38
Azeite	0,2	47

ND – Não Detectável

O estudo da composição em ácidos gordos utiliza a cromatografia gasosa. Assim, seguidamente, faz-se uma pequena referência a este método de análise.

1.5. Cromatografia Gasosa

A Cromatografia Gasosa (CG) é uma técnica de separação e análise de misturas de substâncias voláteis, na qual os componentes a serem separados são distribuídos entre duas fases: a fase estacionária e a fase móvel. É uma técnica amplamente usada em análises quantitativas e qualitativas de espécies químicas, sendo utilizada também para determinar constantes termoquímicas, tais como calores de solução e de vaporização, pressão de vapor e coeficientes de actividade. O método consiste, inicialmente, na introdução da amostra numa corrente de gás inerte, normalmente hidrogénio, hélio, azoto ou argon (fase móvel). Este fluxo de gás onde a amostra se encontra vaporizada passa pela coluna. Aqui, os componentes da amostra deslocam-se a velocidades influenciadas pelo grau de interacção de cada componente com a fase estacionária. Assim, as substâncias que apresentam a maior interacção com a fase estacionária são retidas por mais tempo, sendo separadas, conseqüentemente, daquelas que apresentam menor interacção. À medida que as substâncias eluem da coluna são quantificadas por um detector.

Neste caso em particular, o detector utilizado foi o FID (detector de ionização de chama). Este consiste numa chama de hidrogénio/ ar e num prato colector. A chama resultante fica contida entre dois eléctrodos polarizados por uma voltagem constante. Como a chama de hidrogénio forma poucos iões, torna-se um mau condutor eléctrico, sendo fraca a corrente que passa entre os eléctrodos. Ao eluir um composto orgânico, este é queimado, sendo formados iões na chama, passando esta a conduzir corrente eléctrica. A corrente eléctrica aqui gerada (na ordem dos pA) é amplificada e transformada num sinal cromatográfico.

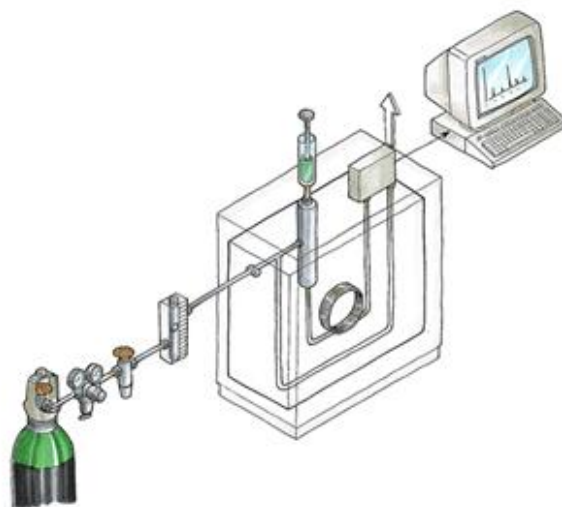


Figura 16 – Princípio da cromatografia gasosa.

Existem dois tipos de cromatografia gasosa: a cromatografia Gás-Sólido (CGS) e a cromatografia Gás-Líquido (CGL). A cromatografia Gás-Sólido baseia-se na fase sólida estacionária, na qual a retenção das substâncias analisáveis é a consequência da absorção física. A cromatografia Gás-Líquido é útil para separar iões ou moléculas dissolvidas num solvente. Se a solução da amostra estiver em contacto com um segundo sólido ou fase líquida, os diferentes solutos interagem com a outra fase em diferentes graus, devido às diferenças de adsorção, intercâmbio de iões, partição, ou tamanho. Estas diferenças permitem que os componentes da mistura se separem, usando estas diferenças para determinar o tempo de retenção dos solutos através da coluna⁴¹.

2. Parte Experimental

Tal como foi referido no capítulo do enquadramento, o objectivo principal deste trabalho foi implementar e validar um método para determinação da composição em ácidos gordos presente em determinada matriz alimentar. Este novo método permite calcular o teor em ácidos gordos presentes e daí deduzir o teor em ácidos gordos saturados, monoinsaturados e polinsaturados, assim como a quantidade de gordura que a amostra possui.

O método usado, actualmente, no laboratório é um método mais rudimentar, no qual a gordura da amostra é extraída com solventes apropriados e, posteriormente, tratada por metilação alcalina. Os ácidos gordos são então transformados em ésteres metílicos e finalmente analisados por cromatografia gasosa com detector de ionização de chama, GC-FID. É de salientar que este método não permite a quantificação da matéria gorda e também não é muito viável quando se pretende fazer a determinação dos ácidos gordos ómega 3 e 6, uma vez que parte deles são degradados numa fase intermédia do processo (fase da secagem, figura 17).

Primeiramente será apresentado o método já utilizado no laboratório, sob a forma de flowsheet. Este formato permite uma percepção rápida daquilo que, efectivamente, é realizado. Depois de uma breve abordagem ao método utilizado, até ao momento, será apresentado todo o procedimento detalhado do novo método para determinação de ácidos gordos.

2.1. Método corrente de avaliação dos ácidos gordos em alimentos

Com o método usado na Silliker até ao momento, para a determinação do teor de ácidos gordos, algumas amostras necessitam de sofrer a extracção da gordura. As etapas dessa extracção estão ilustradas na figura 17. Podem usar-se vários métodos de extracção da matéria gorda. Para tal recorre-se à norma francesa NF V03-030. Só depois de obtida a gordura é que é possível determinar a composição em ácidos gordos.

Tal como é possível verificar na figura 17, nas matrizes leites e produtos lácteos, a extracção da gordura é efectuada em ampola de decantação com recurso a vários solventes (ponto 1.); nas amostras cujos lípidos são de difícil extracção recorre-se a uma mistura de n-hexano e isopropanol, como é o caso do pescado, ovos e produtos hortícolas (ponto 4.); a extracção das restantes amostras é efectuada com éter dietílico (ponto 4). De seguida, todas as amostras são filtradas e sujeitas a evaporação do solvente em evaporador rotativo. Se a amostra em estudo já é um óleo ou gordura, não é necessário proceder à extracção da gordura (ponto 2. e 3.)

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

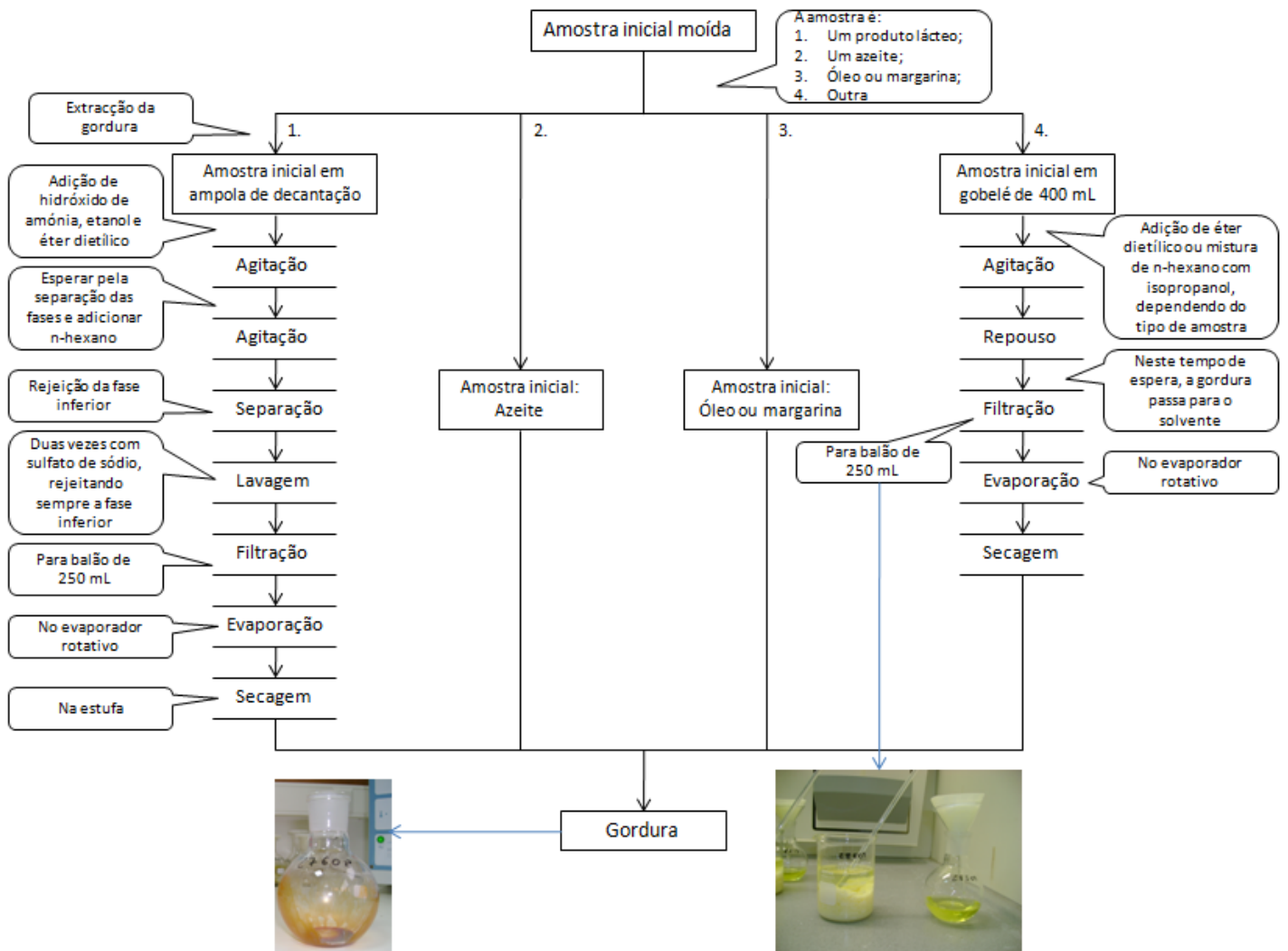


Figura 17 - Flowsheet relativo aos diferentes métodos para a extracção da gordura, consoante o tipo de amostra.

Consoante o tipo de amostra é escolhido o solvente apropriado para usar no cromatógrafo (n-heptano para gorduras lácteas e azeites e isoctano para as restantes). Depois de se agitar a solução, adiciona-se em todos os casos o reagente de metilação que permite a formação dos ésteres metílicos, compostos suficientemente voláteis para serem analisados por GC-FID. Depois desta etapa estar concluída, procede-se à sua introdução no sistema cromatográfico, de modo a que seja possível determinar a composição em ácidos gordos.

A figura 18 ilustra o procedimento que deve ser seguido para a preparação da amostra para análise em GC-FID

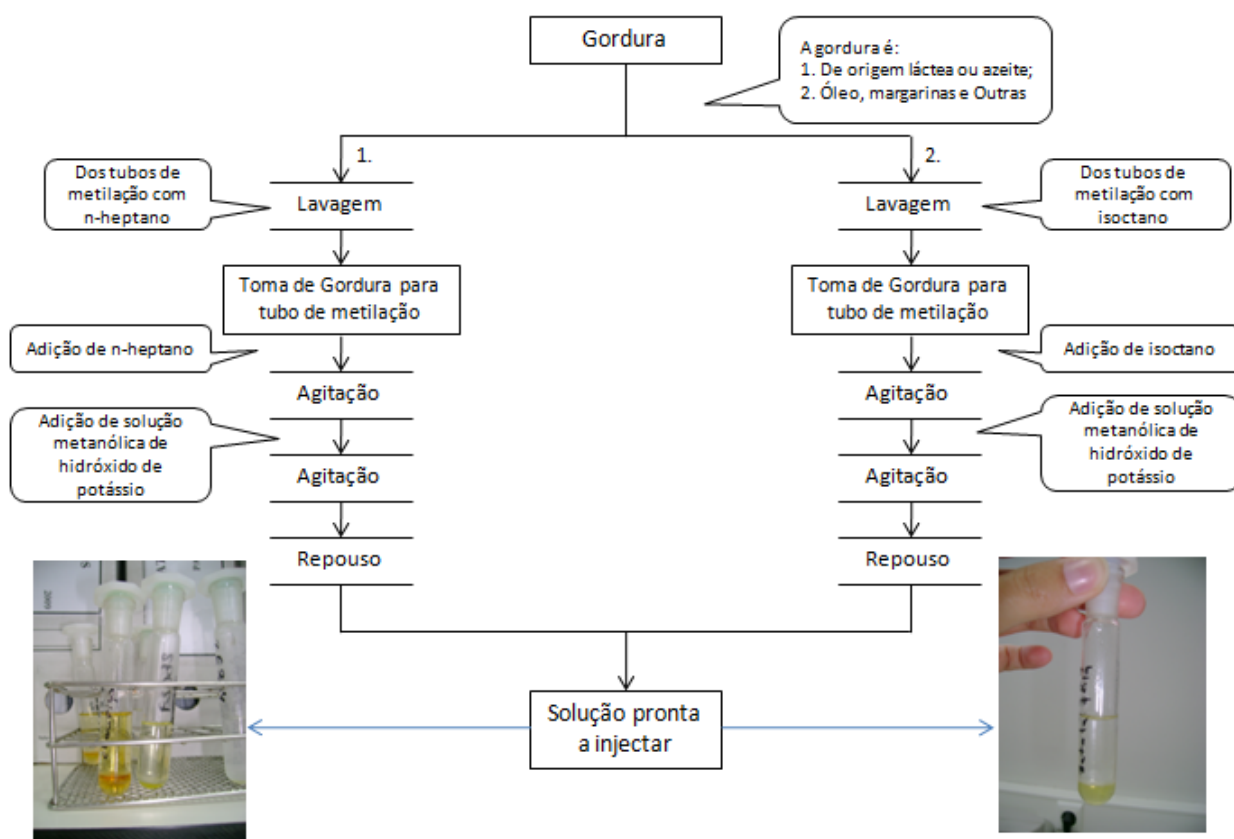


Figura 18 - Preparação dos ésteres metílicos dos ácidos gordos para posterior injeção.

As determinações do teor de ácidos gordos efectuadas, até ao momento, na SILLIKER Portugal, S.A. são baseadas nas seguintes normas:

- ✓ Para produtos lácteos utiliza-se a Norma ISO 15885;
- ✓ Para azeites usa-se o regulamento CE 796/ 2002;
- ✓ Para as restantes amostras utiliza-se a NP EN ISO 5509:2003.

2.2. Implementação do novo método

A parte experimental desta Dissertação apresentada neste capítulo é descrita na forma de procedimento a adoptar na empresa Silliker Portugal, para quantificação do teor de gordura e determinação do perfil de ácidos gordos em produtos alimentares. Assim, não tem o formato tradicional de uma tese mas, de um documento útil para os técnicos analistas que tenham como tarefa estas determinações.

2.2.1. Objectivo

Inicialmente, este procedimento estabelece a extracção da gordura da amostra. Através de uma metilação, os ácidos gordos que a constituem são transformados em ésteres metílicos (FAME). Por fim, os compostos são separados por GC-FID e quantificados usando um padrão interno.

2.2.2. Campo de Aplicação

A metodologia descrita neste procedimento aplica-se a alimentos para humanos e animais.

2.2.3. Procedimento

2.2.3.1. Resumo do processo

Neste procedimento, a extracção da matéria gorda é possível através da aplicação de dois processos. Inicialmente, é efectuada uma hidrólise (ácida na grande maioria dos alimentos, básica no caso dos produtos lácteos e a combinação das duas no caso dos queijos, iogurtes e alimentação infantil à base de leite), que permite a quebra das ligações químicas. O pirogalol (1,2,3-benzenotriol) é adicionado para minimizar a degradação oxidativa dos ácidos gordos durante a análise. Uma quantidade conhecida do triacilglicerol em C13:0 (tritridecanoato de glicerilo) é adicionada como padrão interno, a fim de quantificar os ácidos gordos. Seguidamente, a matéria gorda é extraída com éter dietílico e posteriormente metilada com trifluoreto de boro em metanol (permite a formação de ésteres metílicos de ácidos gordos). Posteriormente, a mistura é injectada no sistema cromatográfico e os ácidos gordos detectados por GC-FID. A identificação dos ácidos gordos é possível com a ajuda de uma mistura padrão, que dá indicação da ordem de eluição dos ácidos gordos presentes e permite pelo método de adição confirmar o ácido gordo em questão. Os resultados expressam-se de acordo com o produto alimentar. Finalmente, o teor de ácidos gordos é convertido, matematicamente, em triglicéridos e a soma destes corresponde ao valor da matéria gorda da amostra inicial.

2.2.3.2. Aparelhos e utensílios

Material de laboratório de uso corrente, e nomeadamente:

- Balança analítica, capaz de pesar com a aproximação de 0,1 mg (Sartorius BP 221 S – Max: 220 g, d = 0,1 mg).
- Cromatógrafo gasoso equipado com detector FID (Hewlett Packard Plus +, hp 6890 Series, GC System).
- Coluna capilar: Supelco SP-2560 (Supelco nº 24056) (100 m x 0,25 mm x 0,20 µm).
- Banho termostaticado com agitação (Julabo SW 22).
- Evaporador com corrente de azoto.
- Evaporador rotativo (Büchi Rotavapor R-210, banho: Büchi Heating Bath B-490).
- Banho de ultra-sons (Selecta).
- Vórtex (Velp Scientifica).
- Frascos de Pirex de 100 mL com rolha.
- Tubos de vidro de 20 mL com rolha.
- Balões redondos de fundo plano de 100 mL com esmerilados 29/32.
- Pipetas Pasteur de vidro.
- Pipetas automáticas de 1, 5 e 10 mL.
- Pipetas de duplo traço de 1 e 2 mL.

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

- Pipetas Eppendorf Multipette Plus.
- Viais para GC de 2 mL.
- Provetas

2.2.3.3. Reagentes

Todos os reagentes devem ser de qualidade analítica e a água deve ser desionizada.

- Ácido clorídrico a 35%
- Etanol a 96%
- Éter dietílico
- Éter de petróleo
- Amoníaco a 25%
- Sulfato de sódio anidro
- Clorofórmio
- Tolueno
- Metanol, qualidade de HPLC
- n-Hexano, qualidade HPLC
- Trifluoreto de boro, 20% em metanol
- Mistura de ésteres metílicos de ácidos gordos:
 - Sigma-Aldrich: Supelco C37 FAME Mix (47885-U)
- Tritridecanoato de glicerilo 99% (Triglicérido C13:0) (Sigma T3882).

Nota 1: Todos os reagentes acima mencionados devem ser manipulados na hotte por questões de toxicidade.

2.2.4. Preparação das soluções

2.2.4.1. Solução de ácido clorídrico a 25%

A partir da solução comercial, preparar uma solução de ácido clorídrico a 25% num balão volumétrico de 1 L.

2.2.4.2. Solução padrão de ésteres metílicos de ácidos gordos

Estes padrões são usados para controlar os tempos de retenção e permitir o cálculo dos factores de resposta relativos. A mistura destes padrões com o padrão interno (C13:0 FAME) permite calcular a percentagem de ácidos gordos e de matéria gorda na matriz.

O padrão de calibração C37 é uma mistura de 37 ésteres metílicos de ácidos gordos (C37).

No caso de ampola, partir a cápsula e realizar a seguinte mistura num vial:

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

- 180 µL de C37 puro;

- 450 µL de n-Hexano.

Conservação: 3 meses no congelador com etiqueta.

2.2.4.3. Solução de BF₃ a 7% em metanol

Para um balão de 50 mL, medir 17,50 mL de BF₃ a 20% e completar com metanol.

Nota 2: Certifique-se que prepara a quantidade necessária para a análise (2 mL/ amostra).

2.2.4.4. Solução de Padrão interno (C13:0) a 6 mg/mL em clorofórmio

Para um balão de 50 mL pesar precisamente 300 mg de C13:0. Dissolver em aproximadamente 40 mL de clorofórmio e agitar. Se necessário levar a solução ao banho de ultra-sons. Aferir o volume com clorofórmio. Calcular a concentração obtida, tendo em conta a pureza do reagente (indicada no certificado de análise).

Conservação: 1 semana no frigorífico com etiqueta.

Nota 3: Certifique-se que prepara a quantidade necessária para a análise (2 mL/ amostra).

2.2.5. Técnica

2.2.5.1. Pré-Tratamento

Conforme a natureza da amostra é aplicado o tratamento mais indicado. A matéria gorda é extraída após a realização de uma hidrólise, que pode ser realizada em meio ácido ou básico consoante o tipo de matriz a analisar.

2.2.5.1.1. Tratamento dos alimentos em geral (excepto as matrizes indicadas nos pontos 2.2.5.1.2 ao 2.2.5.1.6.)

Na balança analítica pesar, para um shot de 100 mL (com anel de segurança), a quantidade de amostra necessária de maneira a que a matéria gorda que esta contém não seja superior a 200 mg. Registrar a massa **m₁**.

A tabela 3 indica a quantidade de amostra a pesar consoante o valor de matéria gorda que esta contenha.

As massas apresentadas (tabela 3) são de título meramente indicativo. Caso o teor de matéria gorda da amostra seja conhecido, aplicar a seguinte equação:

$$massa\ amostra(g) = \frac{15}{\% \text{ matéria gorda}} \quad (\text{equação 1})$$

Tabela 3 – Quantidade de amostra a pesar consoante o teor de matéria gorda.

Teor de matéria gorda da amostra (%)	Massa (g)
0 – 3	5 – 6
3 – 10	1 – 2
10 – 20	0,7 – 1
20 – 40	0,4 – 0,6
>40	0,2 – 0,3

A aplicação da equação 1 estima uma quantidade média de matéria gorda de aproximadamente 150 mg em relação à massa da amostra pesada inicialmente.

Se a massa resultante da aplicação da equação for superior a 6 g, pesar 6 g da matriz a analisar.

- Adicionar duas pequenas espátulas rasas de pirogalol (aproximadamente 100 mg).
- Na hotte, medir 2 mL de água desionizada e 10 mL de ácido clorídrico a 25% (solução 5.5.1) com a ajuda de uma pipeta graduada.
- Com a ajuda de uma pipeta de vidro de duplo traço, medir 2 mL de solução de padrão interno (C13:0) (solução 2.2.4.4.). Tapar e agitar a mistura em vórtex até à dispersão total da matriz.
- Introduzir as amostras num banho-maria cheio, com agitação automática, durante 1 hora a 80 °C. Agitar manualmente duas vezes durante esta hora.
- Deixar arrefecer à temperatura ambiente e medir 10 mL de etanol a 96% com um dispensador. Agitar.

2.2.5.1.2. Tratamento do leite líquido e do leite em pó

Na balança analítica pesar, para um shot de 100 mL (com anel de segurança):

- Leite em natureza: 3,0 a 3,5 g.
- Leite em pó: 0,5 a 0,6 g.

Registrar a massa m_1 .

- Ajustar duas pequenas espátulas rasas de pirogalol (aproximadamente 100 mg).
- Com a ajuda de uma pipeta de vidro de duplo traço, medir 2 mL de solução de padrão interno (C13:0) (solução 2.2.4.4.).
- Na hotte, medir 4 mL de água desionizada, com a ajuda de um dispensador, e 2 mL de amoníaco a 25% com a ajuda de uma pipeta de vidro. Tapar e agitar a mistura em vórtex até à dispersão total da matriz.
- Introduzir as amostras num banho-maria cheio, durante 1 hora a 80 °C. Agitar a cada 10 minutos.

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

- Deixar arrefecer à temperatura ambiente e medir 10 mL de etanol a 96% com um dispensador. Agitar.

2.2.5.1.3. Tratamento de queijos, iogurtes e de alimentos infantis à base de leite

Na balança analítica pesar, para um shot de 100 mL (com anel de segurança):

- Queijo e alimentos infantis à base de leite: 0,5 a 0,6 g de matriz.
- Iogurte: 4,0 a 5,0 g de matriz.

Registrar a massa m_1 .

- Ajustar duas pequenas espátulas rasas de pirogalol (aproximadamente 100 mg).
- Com a ajuda de uma pipeta de vidro de duplo traço, medir 2 mL de solução de padrão interno (C13:0) (solução 2.2.4.4.).
- Na hotte, medir 4 mL de água desionizada, com a ajuda de um dispensador, 2 mL de amoníaco a 25% com a ajuda de uma pipeta de vidro e 2 mL de etanol a 96%. Tapar e agitar a mistura em vórtex até à dispersão total da matriz.
- Introduzir as amostras num banho-maria cheio, durante 30 minutos a 80 °C. Agitar a cada 10 minutos.
- Na hotte, deixar arrefecer à temperatura ambiente. De seguida, juntar 10 mL de ácido clorídrico a 35%, com a ajuda de um dispensador. Esperar que os vapores libertados desapareçam. Voltar a colocar as amostras no banho-maria, durante 30 minutos para que a digestão da matriz seja completa, e agitar a cada 10 minutos.
- Deixar arrefecer à temperatura ambiente e medir 10 mL de etanol a 96% com um dispensador. Agitar.

2.2.5.1.4. Tratamento de ovos

Na balança analítica pesar, para um shot de 100 mL (com anel de segurança), um dos seguintes casos:

- 2 g de gema de ovo.
- 5 g de clara de ovo.
- 1 g de ovo inteiro.

Registrar a massa m_1 .

- Ajustar duas pequenas espátulas rasas de pirogalol (aproximadamente 100 mg).
- Com a ajuda de uma pipeta de vidro de duplo traço, medir 2 mL de solução de padrão interno (C13:0) (solução 2.2.4.4.).
- Na hotte, medir 10 mL de ácido clorídrico a 35% com a ajuda de uma pipeta de vidro. Tapar e agitar a mistura em vórtex até à dispersão total da matriz.
- Introduzir as amostras num banho-maria, cheio de água, durante 30 minutos a 100 °C. Agitar a cada 10 minutos.
- Deixar arrefecer à temperatura ambiente e medir 10 mL de etanol a 96% com um dispensador. Agitar.

2.2.5.1.5. Tratamento de frutos secos

Na balança analítica pesar, para um *shot* de 100 mL (com anel de segurança) 0,2-0,3 g da matriz. Registrar a massa m_1 .

- Ajustar duas pequenas espátulas rasas de pirogalol (aproximadamente 100 mg).
- Com a ajuda de uma pipeta de vidro de duplo traço, medir 2 mL de solução de padrão interno (C13:0) (solução 2.2.4.4).
- Na hotte, medir 10 mL de ácido clorídrico a 35% com a ajuda de uma pipeta de vidro. Tapar e agitar a mistura em vórtex até à dispersão total da matriz.
- Introduzir as amostras num banho-maria, cheio de água, durante 1 hora e 30 minutos a 100 °C. Agitar a cada 10 minutos.
- Deixar arrefecer à temperatura ambiente e medir 10 mL de etanol a 96% com um dispensador. Agitar.

2.2.5.1.6. Óleos e gorduras

Na balança analítica pesar, directamente para um tubo de vidro de 20 mL com rolha, 0,1 g da matriz. Registrar a massa m_1 .

- Com a ajuda de uma pipeta de vidro de duplo traço, medir 2 mL de solução de padrão interno (C13:0) (solução 2.2.4.4).
- Evaporar à secura numa corrente de azoto.

2.2.5.2. *Extracção da matéria gorda*

a) Medir 25 mL de éter dietílico, com a ajuda de um dispensador, para o *shot* de 100 mL que contém a amostra. Agitar em vórtex durante 1 minuto (evitar a agitação excessiva de modo a que não se formem emulsões persistentes).

b) Medir 25 mL de éter de petróleo, com a ajuda de um dispensador. Agitar em vórtex durante 1 minuto, excepto para os leites que deve ser mantida durante 2 minutos.

c) Deixar repousar durante uma hora. Nesta etapa, a fase superior deve ser clara e límpida de modo a que as duas fases possam ser separadas.

d) Lavar o sistema de extracção de vidro aspirando 50 mL de etanol, 50 mL de éter dietílico e 50 mL de éter de petróleo. Estes devem ser rejeitados no final da lavagem.

e) Depois do sistema de extracção estar limpo, introduzir a pipeta do sistema de aspiração no *shot* de 100 mL. Esta deve ficar com uma interface de 4 mm.

f) Aspirar a fase superior e depositar num balão redondo de fundo plano de 100 mL (ter o cuidado para não aspirar a fase aquosa).

g) Lavar a pipeta aspirando uma pequena quantidade de éter dietílico que se deposita no balão de fundo plano.

h) Lavar o exterior da pipeta com uma pequena quantidade de éter dietílico. Aspirar o solvente utilizado e recolhê-lo no balão redondo de fundo plano.

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

- i) Repetir as etapas a, b, c, d, e, f, g e h com mais 15 mL de éter dietílico e 15 mL de éter de petróleo. Voltar a reunir a fase éterea no mesmo balão.
- j) Evaporar à secura a 40 °C em evaporador rotativo.
- k) Dissolver a gordura extraída em 2 mL de clorofórmio e 1 mL de éter dietílico, com a ajuda de pipetas de vidro. Tapar e agitar de maneira a solubilizar a matéria gorda. Se necessário usar o ultra-sons.
- l) Transferir 2 mL da mistura para um tubo de 20 mL e evaporar à secura em corrente de azoto.
- m) Verificar que não existem restos de água e que o resíduo está completamente seco.

2.2.5.3. *Metilação dos ácidos gordos (formação de ésteres metílicos)*

À matéria gorda extraída (ponto 2.2.5.2) adicionar:

- Com a ajuda de pipeta de vidro, medir 2 mL da solução de trifluoreto de boro a 7% e 1 mL de tolueno. Levar ao banho de ultra-sons.
- Aquecer num banho-maria regulado a 100 °C durante uma hora. Agitar as amostras a todos os 10 minutos. Terminado o tempo, deixar arrefecer até à temperatura ambiente (20-25°C).
- Adicionar 5 mL de água desionizada, 1 mL de n-hexano (com pipeta graduada) e 1 g de sulfato de sódio anidro.
- Transferir a fase superior para um vial.
- Conservar os viais no frigorífico até ao momento da injeção no sistema cromatográfico.

2.2.6. *Condições cromatográficas*

Criar o método com as seguintes condições cromatográficas:

- Coluna: SUPELCO SP-2560 (100 m x 0,25 mm ID, 0,2 µm).
- Detector FID a 285 °C.
- Injetor: split 45:1 a 225 °C.
- Forno: 100 °C (0 min); rampa 2 °C/ min até 204 °C (15 min); 3 °C/ min até 214 °C (10 min); 3 °C/ min até 240 °C (16 min).
- Modo de trabalho: Fluxo constante (0,8 mL/ min).
- Gás de transporte: Hélio.
- Volume de injeção: 1 µL.
- Tempo de análise: 105 minutos.
- Viais de limpeza: **A.** n-Hexano; **B.** n-Hexano.

2.2.6.1. *Análise preliminar*

Antes de iniciar a análise, injectar n-hexano nas mesmas condições. Com esta injeção pretende verificar-se que não existem picos que coincidam com os ácidos gordos em estudo.

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

Se aparecerem picos, efectuar injeções de n-hexano até que estes desapareçam (limpeza do sistema). Caso estes persistam falar com o responsável da unidade.

2.2.6.2. *Sequência de análise*

Injectar no sistema cromatográfico segundo a seguinte ordem:

- n-Hexano
- Mistura de padrões
- Material de referência
- Amostras
- Mistura de padrões
- n-Hexano

Se as matrizes a analisar forem superiores a 20, intercalar as injeções com a mistura de padrões a cada 20 amostras, para verificar/confirmar os tempos de retenção.

3. Resultados e Discussão

Neste capítulo serão apresentados os resultados da validação do método de ensaio, relativos quer aos ácidos gordos componentes quer à matéria gorda. A seguir apresentam-se os resultados obtidos na análise de diferentes matrizes (uma matriz de cada grupo referido no subcapítulo 2.2.5 – um fiambre, um leite gordo, um queijo, um ovo com ómega 3, um amendoim e um óleo de girassol). Os resultados da composição em ácidos gordos e do teor de gordura, obtidos com o método implementado, serão comparados com os obtidos pelo método antigo (ácidos gordos saturados, monoinsaturados e polinsaturados) e com os valores obtidos pelo método gravimétrico, respectivamente.

Conforme já referido, antes de se iniciar a análise das amostras é necessário efectuar uma injeção em branco, com n-hexano. Esta corrida permite verificar a existência ou não de picos que possam interferir com injeções posteriores. Se eventualmente existirem picos, é necessário efectuar a limpeza do sistema com corridas em branco, até que estes desapareçam, ou então fazer um condicionamento exaustivo da coluna (limpeza durante uma noite com o gás de arraste). De seguida é fundamental a injeção da mistura de padrões (C37 que corresponde a uma mistura de 37 ésteres metílicos) que permite controlar os tempos de retenção (ver a figura 19) e calcular os factores de resposta (relação entre o ácido gordo Cx e o ácido gordo C13:0 - tridecanoato de glicerilo), usado como padrão interno em todas as amostras

Assim, depois de efectuada a injeção da mistura de padrões, procede-se à identificação dos picos (figura 19) com a ajuda do certificado de análise (anexo A.1.) que também contém as percentagens em massa de cada ácido gordo da mistura C37. Relativamente à construção da tabela 4 efectua-se a transcrição das percentagens das áreas obtidas e posteriormente estes resultados são convertidos para uma percentagem total de 100%. Com os dados fornecidos pelo certificado de análise sobre as percentagens em massa é possível calcular a relação entre a percentagem da área corrigida e a respectiva percentagem em massa da mistura (K_i). Com esta relação torna-se fácil calcular os factores de resposta de cada ácido gordo tendo como referência o C13:0. No anexo A.2. encontra-se um exemplo de cálculo dos factores de resposta. Este cálculo é essencial para determinar o teor em ácidos gordos saturados, monoinsaturados e polinsaturados e o teor de matéria gorda da matriz.

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

Data File C:\CHEM32\1\DATA\SIG11156.D
Sample Name: C37+ A.V.

Data File C:\CHEM32\1\DATA\SIG11156.D
Sample Name: C37+ A.V.

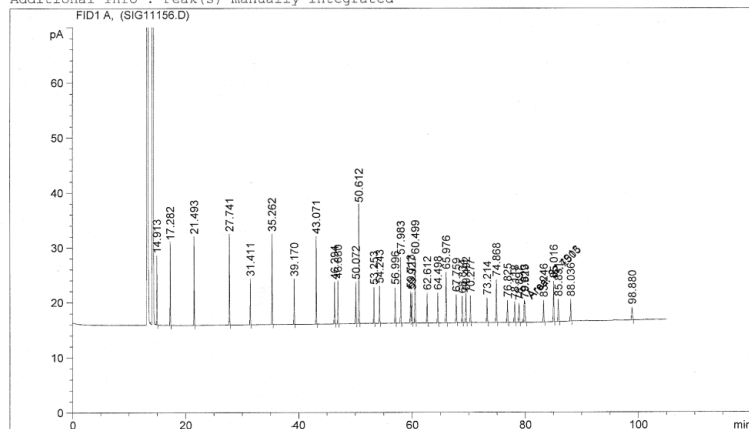
```

=====
Acq. Operator   :
Acq. Instrument : Instrument 1           Location : Vial 1
Injection Date  : 10/25/2011 9:51:31 AM Inj : 1
                                           Inj Volume : Manually

Acq. Method    : C:\CHEM32\1\METHODS\AOAC.M
Last changed   : 10/25/2011 9:47:41 AM
                (modified after loading)
Analysis Method : C:\CHEM32\1\METHODS\AOAC.M
Last changed   : 10/25/2011 11:36:34 AM
                (modified after loading)

Sample Info    :
                Coluna 7GA
                Equipamento 101A
                Coluna 1GB
                Equipamento 101 A
    
```

Additional Info : Peak(s) manually integrated



Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
3	21.493	BB	0.0820	79.56432	16.00775	4.40128 C8:0
4	27.741	BB	0.0881	84.46309	16.39447	4.67227 C10:0
5	31.411	BB	0.0849	42.69738	8.17635	2.36190 C11:0
6	35.262	BB	0.0853	85.78073	16.31994	4.74516 C12:0
7	39.170	BB	0.0855	42.67695	8.09244	2.36077 C13:0
8	43.071	BB	0.0861	84.29144	15.84066	4.66278 C14:0
9	46.294	BB	0.0885	41.35220	7.47603	2.28749 C14:1
10	46.880	BB	0.0864	40.99831	7.66225	2.26792 C15:0
11	50.072	BB	0.0921	40.62680	7.39875	2.24737 C15:1
12	50.612	BB	0.0893	120.10838	21.44815	6.64407 C16:0
13	53.253	BB	0.0909	36.59552	6.37853	2.02437 C16:1
14	54.243	BB	0.0897	37.42091	6.64604	2.07002 C17:0
15	56.996	BB	0.0979	38.13625	6.36778	2.10960 C17:1
16	57.983	BB	0.0988	71.97741	11.85345	3.98160 C18:0
17	59.713	BV	0.1004	35.25471	5.67740	1.95020 C18:1n6t
18	59.927	VB	0.1009	33.84189	5.41649	1.87204 C18:1n11t
19	60.499	BB	0.1018	75.81428	11.98186	4.19384 C18:1n6c
20	62.612	BB	0.1083	35.18384	5.37821	1.94628 C18:2n6t
21	64.498	BB	0.1090	37.45945	5.39860	2.07216 C18:2n6c
22	65.976	BB	0.1144	64.89663	9.18436	3.58991 C20:0
23	67.759	BB	0.1171	36.73288	5.03373	2.03196 C18:3n6
24	68.834	BB	0.1059	31.76872	4.75662	1.75736 C20:1n9
25	69.492	BB	0.1129	36.41822	5.25185	2.01456 C18:3n3
26	70.277	BB	0.1035	31.09150	4.80452	1.71990 C21:0
27	73.214	BB	0.1186	32.62623	4.39517	1.80480 C22:0
28	74.868	BB	0.1227	60.34319	7.76545	3.33802 C22:1
29	76.825	BB	0.1317	32.73477	3.99114	1.81080 C20:3n6
30	78.118	BB	0.1297	29.87695	3.72094	1.65271 C22:1
31	78.897	BB	0.1337	28.74964	3.43305	1.59035 C20:3n3
32	79.813	MF	0.1404	32.49133	3.85639	1.79733 C20:4n6
33	79.929	FM	0.1234	27.75045	3.74938	1.53508 C23:0
34	83.246	BB	0.1253	29.73099	3.88313	1.64464 C22:2
35	85.016	BB	0.1237	57.29530	7.29280	3.16942 C24:0
36	85.831	BB	0.1301	31.98415	3.96628	1.76928 C20:5n3
37	88.036	BB	0.1186	28.61455	3.85482	1.58288 C24:1
38	98.880	BB	0.1525	21.73494	2.25355	1.20232 C24:6

Totals : 1807.75212 298.42888

*** End of Report ***

Area Percent Report

```

Sorted By      : Signal
Multiplier:    : 1.0000
Dilution:      : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
    
```

Signal 1: FID1 A,

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	14.913	BB	0.0745	58.04816	12.43488	3.21107 C4:0
2	17.282	BB	0.0793	70.61966	14.88567	3.90649 C6:0

Figura 19 - Cromatograma da mistura de padrões C37.

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

Tabela 4 - Resultados essenciais para o cálculo do factor de resposta Ri.

Ácidos Gordos	Área (%)	Área corrigida (%)	% massa na mistura	Ki	Ri
C4:0	3,2111	3,2234	4,0000	0,8059	0,6801
C6:0	3,9065	3,9215	4,0000	0,9804	0,8274
C8:0	4,4013	4,4182	4,0000	1,1046	0,9322
C10:0	4,6723	4,6902	4,0000	1,1726	0,9896
C11:0	2,3619	2,3710	2,0000	1,1855	1,0005
C12:0	4,7452	4,7634	4,0000	1,1909	1,0050
C13:0	2,3608	2,3698	2,0000	1,1849	1,0000
C14:0	4,6628	4,6807	4,0000	1,1702	0,9876
C14:1	2,2875	2,2963	2,0000	1,1481	0,9690
C15:0	2,2679	2,2766	2,0000	1,1383	0,9607
C15:1	2,2474	2,2560	2,0000	1,1280	0,9520
C16:0	6,6441	6,6696	6,0000	1,1116	0,9381
C16:1	2,0244	2,0322	2,0000	1,0161	0,8575
C17:0	2,0700	2,0780	2,0000	1,0390	0,8768
C17:1	2,1096	2,1177	2,0000	1,0589	0,8936
C18:0	3,9816	3,9969	4,0000	0,9992	0,8433
C18:1n9t	1,9502	1,9577	2,0000	0,9788	0,8261
C18:1n9c	4,1938	4,2100	4,0000	1,0525	0,8882
C18:2n6t	1,9463	1,9538	2,0000	0,9769	0,8244
C18:2n6c	2,0722	2,0801	2,0000	1,0401	0,8777
C20:0	3,5899	3,6037	4,0000	0,9009	0,7603
C18:3n6	2,0320	2,0398	2,0000	1,0199	0,8607
C20:1	1,7574	1,7641	2,0000	0,8821	0,7444
C18:3n3	2,0146	2,0223	2,0000	1,0112	0,8533
C21:0	1,7199	1,7265	2,0000	0,8633	0,7285
C20:2	1,8048	1,8117	2,0000	0,9059	0,7645
C22:0	3,3380	3,3509	4,0000	0,8377	0,7070
C20:3n6	1,8108	1,8178	2,0000	0,9089	0,7670
C22:1n9	1,6527	1,6591	2,0000	0,8295	0,7001
C20:3n3	1,5904	1,5965	2,0000	0,7982	0,6737
C20:4n6	1,7973	1,8042	2,0000	0,9021	0,7613
C23:0	1,5351	1,5410	2,0000	0,7705	0,6502
C22:2	1,6446	1,6510	2,0000	0,8255	0,6967
C24:0	3,1694	3,1816	4,0000	0,7954	0,6713
C20:5	1,7693	1,7761	2,0000	0,8880	0,7495
C24:1	1,5829	1,5890	2,0000	0,7945	0,6705
C22:6n3	1,2023	1,2069	2,0000	0,6035	0,5093
Σ	99,62	100,00	100,00		

Ki: relação entre a % de área corrigida e a respectiva % em massa da mistura;

Ri: Factor de resposta individual.

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

Segundo o guia da RELACRE, um dos itens que permite a validação de um método de ensaio é a participação em circuitos interlaboratoriais. Assim sendo, a validação do método implementado foi baseada no estudo de três matrizes. Estas matrizes são relativas a materiais certificados pela BIPEA (Bureau Interprofessionnel des Études Analytiques). As matrizes escolhidas correspondem a um “Patê à tartinier” (chocolate tipo Nutella) de Junho de 2010, a um “Plat cuisiné à base de viande” (prato cozinhado com carne) de Setembro de 2010 e a uma “Mélange nutritif” (mistura nutritiva) de Janeiro de 2011.

Para que a validação fosse considerada como credível foram efectuadas doze réplicas de cada matriz e os resultados obtidos de cada ácido gordo foram comparados com os emitidos pela BIPEA (consultar nos anexos C.2., D.2. e E.2. os relatórios completos de cada matriz). Para cada réplica efectuada foi também possível calcular o teor de matéria gorda, sendo posteriormente o resultado comparado com o emitido pela entidade certificada.

Depois de se verificar a conformidade dos parâmetros analisados é também possível calcular o teor em ácidos gordos saturados, monoinsaturados e polinsaturados.

3.1. Validação do método

Tal como já foi referido anteriormente, para a validação do método foram estudadas três matrizes certificadas – “patê à tartinier”, “mélange nutritif” e “plat cuisiné à base de viande” e efectuadas doze réplicas para cada matriz. Todas estas matrizes foram tratadas de acordo com o ponto 2.2.5. Em todas estas amostras foi adicionado um padrão interno (C13:0) que permitiu quantificar a matéria gorda, assim como os teores em ácidos gordos saturados, monoinsaturados e polinsaturados, uma vez que a massa de padrão adicionada às amostras é conhecida.

3.1.1. Patê à Tartinier

Para a amostra de “Patê à tartinier”, serão de seguida apresentados os doze resultados (da letra A à L). A tabela 5 contém todos os resultados obtidos experimentalmente, assim como os limites impostos pelo material certificado (coluna a azul). No anexo B.1.1. encontram-se as massas que foram utilizadas e no anexo C.1.1. encontra-se um exemplo de cálculo para os resultados apresentados, assim como o relatório completo emitido pela entidade certificadora do material certificado que se encontra no anexo C.2.

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

Tabela 5 – Resultados da composição em ácidos gordos, obtidos experimentalmente, das doze réplicas e comparação com os resultados da avaliação interlaboratorial para a amostra Paté à Tartinier.

Ác. Gordos	Área corrigida (% milésimas)												Avaliação dos circuitos interlaboratoriais (%min - %max)	
	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L		
C04:0	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,0 - 0,5
C06:0	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,0 - 0,5
C08:0	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,0 - 0,5
C10:0	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,0 - 0,5
C11:0	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	
C12:0	0,301	0,300	0,303	0,298	0,309	0,320	0,312	0,305	0,310	0,306	0,295	0,304	0,304	0,0 - 0,8
C14:0	0,809	0,807	0,814	0,811	0,830	0,859	0,836	0,822	0,811	0,818	0,807	0,826	0,826	0,3 - 1,3
C14:1	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,0 - 0,5
C15:0	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,0 - 0,5
C16:0	27,576	27,524	27,674	27,548	27,894	28,339	27,853	27,569	27,688	27,685	27,517	27,726	27,726	25,0 - 29,4
C16:1	0,236	0,236	0,238	0,238	0,237	0,243	0,236	0,261	0,235	0,235	0,231	0,236	0,236	0,0 - 0,7
C17:0	0,097	0,117	0,107	0,102	0,108	0,106	0,102	0,092	0,098	0,090	0,100	0,101	0,101	0,0 - 0,6
C17:1	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,0 - 0,5
C18:0	4,449	4,395	4,418	4,412	4,364	4,347	4,409	4,413	4,371	4,441	4,452	4,439	4,439	3,9 - 4,9
C18:1n9t	0,094	0,084	0,097	0,084	0,076	0,098	0,085	0,094	0,092	0,070	0,089	0,104	0,104	
C18:1n9c	53,628	53,718	53,566	53,705	53,433	53,035	53,439	53,266	53,612	53,574	53,699	53,523	53,523	
C18:1	53,722	53,801	53,663	53,790	53,510	53,133	53,524	53,361	53,704	53,645	53,788	53,627	53,627	50,9 - 57,9*
C18:2n6t	0,253	0,248	0,246	0,252	0,244	0,246	0,247	0,253	0,246	0,255	0,260	0,250	0,250	
C18:2n6c	11,670	11,683	11,655	11,667	11,631	11,562	11,614	11,592	11,665	11,645	11,669	11,621	11,621	
C18:2	11,923	11,931	11,901	11,919	11,876	11,808	11,861	11,846	11,911	11,900	11,929	11,871	11,871	10,8 - 12,6*
C18:3n6	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	
C18:3n3	0,246	0,245	0,244	0,244	0,244	0,240	0,242	0,249	0,242	0,246	0,242	0,242	0,242	
C18:3	0,246	0,245	0,244	0,244	0,244	0,240	0,242	0,249	0,242	0,246	0,242	0,242	0,242	0,0 - 0,7*
C20:0	0,309	0,309	0,304	0,307	0,302	0,290	0,302	0,206	0,301	0,307	0,310	0,303	0,303	0,0 - 0,8
C20:1	0,199	0,202	0,206	0,199	0,197	0,197	0,196	0,206	0,202	0,199	0,199	0,197	0,197	0,0 - 0,7
C20:2	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,0 - 0,5
C20:5	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,0 - 0,5
C22:0	0,069	0,070	0,068	0,069	0,068	0,063	0,067	0,067	0,066	0,068	0,068	0,067	0,067	0,0 - 0,5
C22:1n9	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,0 - 0,5
C22:6	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,0 - 0,5
C24:0	0,063	0,064	0,060	0,063	0,061	0,056	0,060	0,604	0,059	0,061	0,062	0,060	0,060	0,0 - 0,6

*Para a comparação destes resultados foi necessário somar os respectivos isómeros *cis* e *trans* e o C18:3 é obtido pela soma dos dois complementares (n6 e n3).

Na tabela 5 constam todos os resultados obtidos, para as doze réplicas, reportados para um valor de 100% para o somatório das áreas. Depois da sua análise verifica-se que todos os resultados se encontram dentro do esperado, ou seja, todos os valores obtidos experimentalmente estão incluídos nos limites impostos pelo circuito interlaboratorial. Relativamente à chamada de atenção da tabela, como o circuito não avalia os ácidos gordos *trans* é necessário somá-los à sua forma *cis*, uma vez que só existe avaliação para a sua totalidade (não há diferenciação de resultados entre *cis* e *trans*). Acontece o mesmo no caso do C18:3 (é necessário somar as formas n-6 e n-3). Assim, pode-se concluir que o método é válido para esta matriz, no que se refere à composição em ácidos gordos.

Seguem-se os resultados relativos ao teor de matéria gorda, para o qual foi necessário efectuar cálculos intermédios (ver o exemplo de cálculo no anexo C.1.1.).

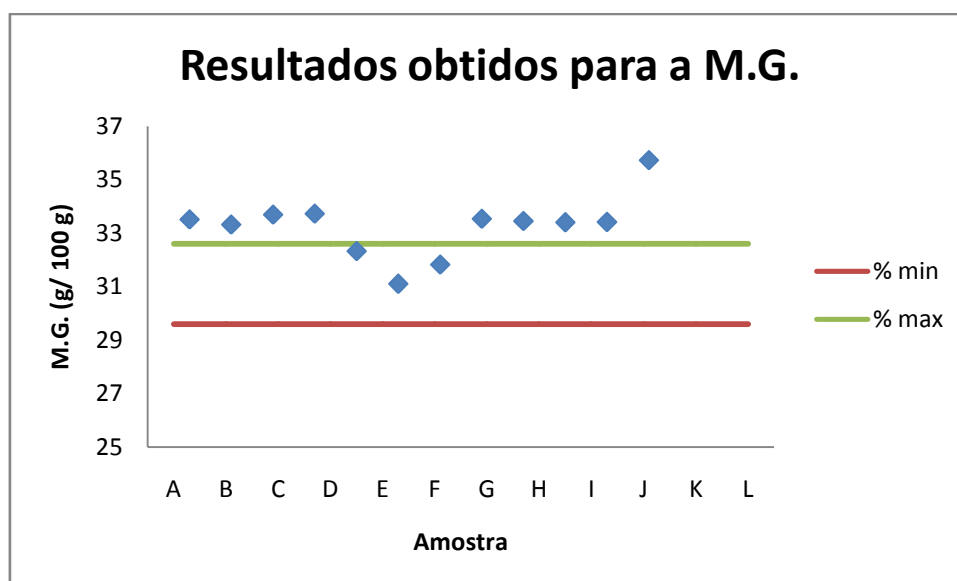


Figura 20 – Resultados obtidos para a matéria gorda, com os respectivos limites impostos pelo circuito.

A figura 20 contém todos os resultados relativos ao teor de matéria gorda calculada. Verifica-se que existem apenas três resultados dentro dos limites. Todos os restantes pontos encontram-se acima do limite máximo (% máxima = 32,6 g/ 100 g). Assim, torna-se necessário avaliar todo o processo na sua globalidade de maneira a que sejam encontradas as causas para tal sucedido. Será então necessária a repetição exaustiva do método até que se encontrem valores concordantes e dentro dos limites esperados.

É necessário referir que estes não eram os resultados esperados, uma vez que todos os ácidos gordos componentes deram dentro dos limites, e o teor de matéria gorda é obtido pela sua manipulação. No entanto, para o seu cálculo é necessária a injeção da mistura de padrões (C37) para um posterior cálculo dos factores de resposta. Estes factores podem ser os responsáveis pelos “maus resultados”, sendo por isso essencial a repetição desta análise para verificar se os resultados da matéria gorda se mantêm ou não. Outra causa destes resultados poderá também estar relacionada com uma deficiente preparação do padrão interno C13:0, visto que, a massa de padrão interno adicionada está directamente relacionada com os resultados relativos à matéria gorda.

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

Como complemento foi ainda calculado o teor em ácidos gordos saturados, monoinsaturados, polinsaturados e *trans* médios da matriz e ainda foi possível calcular o insaponificável da amostra (corresponde à diferença entre o teor de matéria gorda e o teor total de ácidos gordos). Todos estes resultados estão visíveis na tabela 6.

Tabela 6 – Resultados da matriz Patê à Tartinier com as respectivas médias.

Amostra	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	Média (g/ 100 g)	Desvio Padrão
A.G. saturados (g/ 100 g)	10,46	10,38	10,54	10,51	10,17	9,91	10,01	10,50	10,45	10,46	10,41	11,21	10,42	0,32
A.G. monoinsaturados (g/ 100 g)	17,53	17,47	17,62	17,68	16,86	16,11	16,60	17,52	17,50	17,47	17,50	18,66	17,38	0,63
A.G. polinsaturados (g/ 100 g)	3,91	3,89	3,92	3,93	3,76	3,60	3,69	3,91	3,90	3,89	3,90	4,15	3,87	0,14
A.G. <i>trans</i> (g/ 100 g)	0,12	0,12	0,12	0,12	0,11	0,11	0,11	0,12	0,12	0,11	0,12	0,13	0,12	0,0062
A.G. Totais (g/ 100 g)	32,03	31,85	32,20	32,24	30,90	29,73	30,41	32,05	31,97	31,93	31,93	34,15	31,78	1,1
% Matéria Gorda (g/ 100 g)	33,51	33,32	33,69	33,73	32,33	31,10	31,82	33,54	33,45	33,40	33,41	35,73	33,25	1,1
% Insaponificável (g/ 100 g)	1,48	1,47	1,49	1,49	1,43	1,37	1,41	1,49	1,48	1,47	1,48	1,58	1,47	0,051

Pela análise da tabela 6, é possível referir que a matriz “Patê à Tartinier” apresenta em média um teor de:

- 10,42 ± 0,32 g/ 100 g de ácidos gordos saturados;
- 17,38 ± 0,63 g/ 100 g de ácidos gordos monoinsaturados;
- 3,87 ± 0,14 g/ 100 g de ácidos gordos polinsaturados;
- 0,12 ± 0,0062 g/ 100 g de ácidos gordos *trans*;
- 33,25 ± 1,1 g/ 100 g de matéria gorda;
- 1,47 ± 0,051 g/ 100 g de insaponificável

Para efectuar o cálculo de todos estes resultados foi também necessário ter em consideração a massa de amostra que se utilizou (início do processo - consultar as massas no anexo B.1.1.1.). Apesar de o método não poder ser considerado válido para a determinação da matéria gorda serão avaliados outros parâmetros que confirmam esta afirmação. Assim, procedeu-se ainda ao cálculo do desvio existente entre o valor de referência (fornecido pelo relatório do material certificado – consultar o anexo C.2. o valor de referência de 31,1 g/ 100 g) e o valor médio obtido experimentalmente (33,25 g/ 100g). Assim, o erro que se obtém entre estes dois valores é de -6,7 % (média dos resultados = (31,1+33,25)/2 = 32,2 %, logo o erro = ((31,1-33,25)/32,2*100) = -6,7%). Este resultado, aparentemente é um resultado credível. No entanto é ainda necessário avaliar o z-score relativo ao resultado obtido. Para a Silliker, um resultado é considerado aceitável quando o seu z-score está compreendido entre ±2. Para o seu cálculo é necessário efectuar o quociente da diferença entre o resultado obtido experimentalmente e o

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

valor de referência pelo desvio permitido para este ensaio. Este desvio é também fornecido pelo relatório do material certificado (desvio permitido = 0,5). Com isto, o z-score obtido foi 4,3. Avaliando este z-score em termos de resultado Silliker verifica-se que o ensaio é questionável, e por isso é necessário efectuar a repetição do método até que se obtenha um valor designado como aceitável.

Assim, relativamente à validação do método, pode-se concluir que, para esta matriz, o perfil em ácidos gordos está validado (todos os resultados estão dentro dos limites esperados) ao contrário da validação da matéria gorda que necessita de continuar a ser estudada até se encontrarem valores aceitáveis.

3.1.2. *Mélange Nutritif*

A tabela 7 apresenta os resultados obtidos experimentalmente para a matriz *Mélange Nutritif*. Tal como referido para a matriz anterior, foram efectuadas doze réplicas (da letra A à L) e os resultados obtidos foram comparados com os do circuito interlaboratorial (coluna azul). No anexo D.2. encontra-se o relatório completo desta matriz.

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

Tabela 7 - Resultados obtidos experimentalmente para as doze réplicas efectuadas e comparação com os resultados da avaliação interlaboratorial para a amostra Mélange Nutritif .

Ác. Gordos	Área corrigida (% milésimas)												Avaliação dos circuitos interlaboratoriais (%min - %max)	
	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L		
C04:0	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,0 - 0,5
C06:0	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,0 - 0,5
C08:0	0,135	0,138	0,138	0,136	0,136	0,119	0,133	0,129	0,131	0,137	0,138	0,132	0,132	0,0 - 0,6
C10:0	0,168	0,167	0,170	0,164	0,170	0,154	0,162	0,159	0,160	0,166	0,166	0,160	0,160	0,0 - 0,6
C11:0	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,0 - 0,5
C12:0	0,234	0,236	0,239	0,232	0,237	0,236	0,235	0,232	0,225	0,238	0,239	0,232	0,232	0,0 - 0,7
C14:0	0,465	0,469	0,471	0,463	0,468	0,468	0,467	0,460	0,458	0,477	0,471	0,457	0,457	0,0 - 0,9
C14:1	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,0 - 0,5
C15:0	0,061	0,063	0,063	0,062	0,064	0,061	0,061	0,061	0,060	0,063	0,062	0,062	0,062	0,0 - 0,5
C16:0	7,201	7,262	7,228	7,182	7,249	7,198	7,426	7,147	7,159	7,300	7,226	7,107	7,107	6,4 - 7,9
C16:1	0,232	0,232	0,233	0,230	0,233	0,232	0,231	0,234	0,234	0,241	0,234	0,233	0,233	0,0 - 0,7
C17:0	0,091	0,091	0,096	0,085	0,103	0,073	0,080	0,071	0,097	0,091	0,100	0,084	0,084	0,0 - 0,6
C17:1	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,0 - 0,5
C18:0	6,294	6,351	6,349	6,328	6,388	6,295	6,303	6,292	6,352	6,386	6,357	6,309	6,309	6,0 - 7,0
C18:1n9t	0,103	0,096	0,102	0,098	0,091	0,110	0,096	0,098	0,091	0,107	0,103	0,087	0,087	0,0 - 0,5
C18:1n9c	62,532	62,450	62,425	62,651	62,704	62,659	62,536	62,667	62,642	62,425	62,600	62,442	62,442	0,0 - 0,5
C18:1	62,635	62,546	62,527	62,749	62,795	62,769	62,632	62,766	62,733	62,532	62,703	62,530	62,530	59,1 - 66,1*
C18:2n6t	0,204	0,220	0,216	0,214	0,208	0,209	0,207	0,213	0,206	0,207	0,213	0,679	0,679	0,0 - 0,5
C18:2n6c	17,293	17,253	17,242	17,164	17,092	17,173	17,085	17,204	17,160	17,129	17,063	16,995	16,995	0,0 - 0,5
C18:2	17,497	17,473	17,458	17,378	17,300	17,382	17,292	17,416	17,366	17,337	17,276	17,674	17,674	15,6 - 18,4*
C18:3n6	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,0 - 0,5
C18:3n3	2,861	2,865	2,886	2,869	2,846	2,867	2,839	2,875	2,863	2,869	2,843	2,832	2,832	0,0 - 0,5
C18:3	2,861	2,865	2,886	2,869	2,846	2,867	2,839	2,875	2,863	2,869	2,843	2,832	2,832	2,5 - 3,5*
C20:0	0,425	0,423	0,427	0,426	0,431	0,427	0,428	0,430	0,431	0,429	0,434	0,434	0,434	0,0 - 0,9
C20:1	0,758	0,755	0,764	0,760	0,763	0,763	0,758	0,767	0,769	0,766	0,768	0,767	0,767	0,1 - 1,1
C20:2	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,0 - 0,5
C20:5	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,0 - 0,5
C22:0	0,609	0,599	0,613	0,603	0,616	0,615	0,612	0,619	0,619	0,622	0,629	0,639	0,639	0,1 - 1,1
C22:1n9	0,121	0,120	0,122	0,120	0,123	0,123	0,124	0,123	0,124	0,123	0,125	0,126	0,126	0,0 - 0,6
C22:6	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,0 - 0,5
C24:0	0,213	0,210	0,215	0,212	0,078	0,218	0,218	0,219	0,218	0,222	0,229	0,223	0,223	0,0 - 0,7

*Para a comparação destes resultados foi necessário somar os respectivos isómeros *cis* e *trans* e o C18:3 é obtido pela soma dos dois complementares (n6 e n3).

Tal como já havia acontecido anteriormente, verifica-se que esta matriz apresenta todos os resultados da composição em ácidos gordos dentro dos limites. Também neste caso todos os resultados apresentados na tabela 7 estão reportados para uma área de 100% e foram efectuadas todas as somas necessárias para se obterem os valores do C18:1, C18:2 e C18:3. Assim conclui-se que o método está validado para esta matriz, relativamente ao perfil em ácidos gordos.

Depois do perfil em ácidos gordos estar validado foram efectuados os cálculos para a obtenção dos teores de matéria gorda para as doze réplicas. A figura 21 ilustra todos os resultados obtidos, assim como os limites, mínimo e máximo, impostos pelo circuito interlaboratorial.

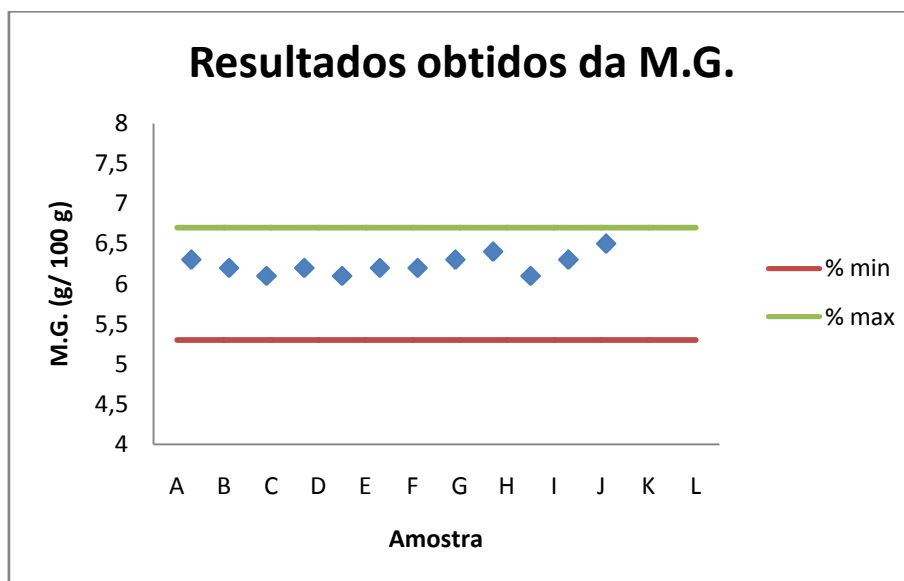


Figura 21 - Resultados obtidos para a matéria gorda, com os respectivos limites impostos pelo circuito.

A figura 21 apresenta os resultados relativos à matéria gorda. Constata-se pela sua análise que todos os resultados estão dentro dos limites e são bastante próximos entre si (os valores de matéria gorda variaram entre 6,1 e 6,5 g/ 100 g - tabela 8) existindo apenas uma variação de 0,4 g/ 100 g. Comparando a média dos resultados da matéria gorda (6,2 g/ 100 g - tabela 8) verifica-se que este resultado está bastante próximo do valor de referência do material certificado – 6,0 g/ 100 g – que se encontra para consulta no anexo D.2.. Calculando o erro associado relativamente a estes dois resultados chegou-se a um valor de 3,3% $((6,2-6,0)/6,0*100 = 3,3 \%)$. Depois de se calcular o desvio, procedeu-se ao cálculo do z-score para verificar a credibilidade do resultado médio obtido. O valor que se obteve foi de 0,7. Este valor depois de avaliado é considerado aceitável e, conseqüentemente, permite a validação do método para esta matriz.

Assim, para a matriz em análise considera-se que esta série de resultados permitiu a validação do método na sua totalidade (validação do perfil de ácidos gordos e do teor de matéria gorda).

Depois de se verificar a validação do método procedeu-se ao cálculo do teor em ácidos gordos saturados, monoinsaturados, polinsaturados e *trans*, assim como ao cálculo do valor do insaponificável. Este último parâmetro inclui na sua constituição os álcoois alifáticos de elevada massa molecular, os esteróis, pigmentos e hidrocarbonetos, e tal como já foi referido, corresponde à diferença entre o teor de matéria gorda e o teor total de ácidos gordos. A tabela 8 traduz todos os resultados que foram referenciados neste parágrafo.

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

Tabela 8 - Resultados calculados da matriz “Mélange Nutritif” e respectivas médias.

Amostra	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	Média (g/ 100 g)	Desvio Padrão
A.G. saturados (g/ 100 g)	0,96	0,96	0,94	0,96	0,94	0,95	0,96	0,96	0,98	0,95	0,98	0,99	0,96	0,016
A.G.monoinsaturados (g/ 100 g)	3,82	3,76	3,69	3,81	3,71	3,79	3,77	3,84	3,89	3,71	3,84	3,93	3,80	0,074
A.G. polinsaturados (g/ 100 g)	1,22	1,21	1,18	1,21	1,17	1,20	1,19	1,22	1,23	1,18	1,21	1,24	1,21	0,022
A.G. <i>trans</i> (g/ 100 g)	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,05	0,02	0,0087
A.G. Totais (g/ 100 g)	6,03	5,95	5,83	5,99	5,83	5,96	5,95	6,05	6,12	5,86	6,05	6,21	5,99	0,12
% Matéria Gorda (g/ 100 g)	6,3	6,2	6,1	6,2	6,1	6,2	6,2	6,3	6,4	6,1	6,3	6,5	6,2	0,12
% Insaponificável (g/ 100 g)	0,27	0,25	0,27	0,21	0,27	0,24	0,25	0,25	0,28	0,24	0,25	0,29	0,26	0,022

Segundo a tabela 8, é possível referir que a matriz “Mélange Nutritif” apresenta em média um teor de:

- $0,96 \pm 0,016$ g/ 100 g de ácidos gordos saturados;
- $3,80 \pm 0,074$ g/ 100 g de ácidos gordos monoinsaturados;
- $1,21 \pm 0,022$ g/ 100 g de ácidos gordos polinsaturados;
- $0,02 \pm 0,0087$ g/ 100 g de ácidos gordos *trans*;
- $6,2 \pm 0,022$ g/ 100 g de matéria gorda;
- $0,26 \pm 0,022$ g/ 100 g de insaponificável

Tal como já foi referido, as massas das tomas utilizadas entraram directamente para o cálculo da matéria gorda (consultar as massas no anexo B.1.1.2.) e respectiva composição em ácidos gordos. Relativamente à validação do método, pode-se concluir que, o método é válido para todos os parâmetros analisados.

3.1.3. Plat cuisiné à base de viande

Tal como aconteceu nas duas validações anteriores, também nesta validação foram efectuadas doze réplicas (da amostra A a L). Os resultados que se encontram discriminados na tabela 9 foram então comparados com os fornecidos pelo circuito interlaboratorial e foi avaliada a conformidade dos resultados obtidos experimentalmente (consultar o relatório do circuito no anexo E.2.).

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

Tabela 9 - Resultados das doze réplicas analisadas e comparação com os resultados da avaliação interlaboratorial para a amostra Plat cuisiné à base de viande.

Ác. Gordos	Área corrigida (% milésimas)												Avaliação dos circuitos interlaboratoriais (%min - %max)	
	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L		
C04:0	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,0 - 0,5
C06:0	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,0 - 0,5
C08:0	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,0 - 0,5
C10:0	0,263	0,280	0,257	0,265	0,263	0,257	0,258	0,265	0,259	0,264	0,257	0,265	0,265	0,0 - 0,8
C11:0	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,0 - 0,5
C12:0	0,593	0,633	0,592	0,603	0,590	0,596	0,589	0,603	0,601	0,607	0,605	0,624	0,624	0,2 - 1,2
C14:0	4,297	4,484	4,329	4,465	4,481	4,410	4,382	4,502	4,472	4,448	4,439	4,509	4,509	4,0 - 5,0
C14:1	0,140	0,141	0,123	0,131	0,130	0,132	0,129	0,130	0,133	0,130	0,130	0,131	0,131	0,0 - 0,6
C15:0	0,600	0,615	0,601	0,620	0,620	0,608	0,603	0,624	0,616	0,613	0,615	0,623	0,623	0,1 - 1,1
C16:0	18,498	18,592	18,666	18,667	18,775	18,441	18,404	18,852	18,670	18,552	18,702	18,861	18,861	16,8 - 19,8
C16:1	1,775	1,838	1,774	1,855	1,734	1,832	1,818	1,757	1,836	1,811	1,826	1,829	1,829	0,8 - 1,8
C17:0	0,945	0,930	0,957	0,964	0,957	0,965	0,965	1,000	0,931	0,979	0,981	0,962	0,962	0,4 - 1,4
C17:1	0,355	0,356	0,350	0,362	0,355	0,350	0,349	0,358	0,351	0,352	0,351	0,352	0,352	0,0 - 0,8
C18:0	12,872	12,770	12,876	13,282	13,207	12,875	12,888	13,250	12,740	13,031	13,105	13,238	13,238	12,3 - 14,5
C18:1n9t	4,505	4,514	4,465	4,692	4,679	4,559	4,483	4,716	4,499	4,666	4,642	4,696	4,696	0,0 - 0,5
C18:1n9c	34,165	33,815	34,004	33,819	33,737	33,913	33,884	33,586	33,749	33,722	33,667	33,474	33,474	0,0 - 0,5
C18:1	38,670	38,329	38,468	38,510	38,416	38,472	38,367	38,302	38,249	38,388	38,309	38,170	38,170	34,1 - 43,3*
C18:2n6t	1,228	1,244	1,219	1,288	1,280	1,252	1,256	1,277	1,235	1,271	1,244	1,273	1,273	0,0 - 0,5
C18:2n6c	14,331	14,280	14,409	13,706	14,003	14,448	14,686	13,799	14,674	14,255	14,146	13,934	13,934	0,0 - 0,5
C18:2	15,559	15,524	15,628	14,994	15,283	15,700	15,941	15,077	15,909	15,526	15,390	15,207	15,207	13,2 - 16,8*
C18:3n6	0,078	0,098	0,097	0,085	0,099	0,086	0,084	0,086	0,082	0,084	0,087	0,087	0,087	0,0 - 0,5
C18:3n3	2,906	2,927	2,894	2,845	2,845	2,991	2,915	2,830	2,903	2,890	2,846	2,769	2,769	0,0 - 0,5
C18:3	2,984	3,025	2,991	2,930	2,944	3,077	2,999	2,915	2,984	2,974	2,933	2,856	2,856	2,2 - 3,6
C20:0	0,277	0,254	0,277	0,244	0,248	0,245	0,248	0,241	0,235	0,244	0,244	0,251	0,251	0,0 - 0,7
C20:1	0,330	0,318	0,322	0,303	0,314	0,315	0,315	0,305	0,305	0,308	0,310	0,310	0,310	0,0 - 0,8
C20:2	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,0 - 0,5
C20:5	0,146	0,136	0,141	0,132	0,129	0,138	0,130	0,128	0,130	0,129	0,129	0,122	0,122	0,0 - 0,5
C22:0	0,367	0,344	0,358	0,344	0,340	0,343	0,346	0,343	0,335	0,343	0,343	0,341	0,341	0,0 - 0,7
C22:1n9	0,082	0,072	0,078	0,070	0,071	0,070	0,070	0,067	0,066	0,069	0,069	0,069	0,069	0,0 - 0,6
C22:6	0,068	0,058	0,066	0,059	0,061	0,060	0,058	0,059	0,057	0,058	0,057	0,058	0,058	0,0 - 0,5
C24:0	0,130	0,113	0,124	0,102	0,107	0,106	0,106	0,101	0,097	0,103	0,106	0,107	0,107	0,0 - 0,6

*Para a comparação destes resultados foi necessário somar os respectivos isómeros *cis* e *trans* e o C18:3 é obtido pela soma dos dois complementares (n6 e n3).

A tabela 9 apresenta todos os resultados relativos ao “Plat cuisiné”. Pela sua análise é possível verificar que existe apenas um resultado ligeiramente acima do permitido ($1,855 \approx 1,9\%$), uma vez que a avaliação dos resultados é efectuada apenas com uma casa decimal. Como todos os outros resultados deram dentro da especificação, provavelmente poderá ter acontecido algum erro a esta amostra no momento da sua preparação, visto que são muitos os passos pela qual a amostra passa até que seja injectada. Assim, e já que foi apenas um resultado que deu ligeiramente acima do permitido, pode-se considerar que o método está também validado para esta matriz, relativamente ao seu perfil em ácidos gordos.

Depois do perfil em ácidos gordos ser validado, foram efectuados os cálculos para a obtenção dos teores de matéria gorda para as doze réplicas. A figura 22 ilustra todos os resultados obtidos, assim como os limites, mínimo e máximo, do circuito interlaboratorial.

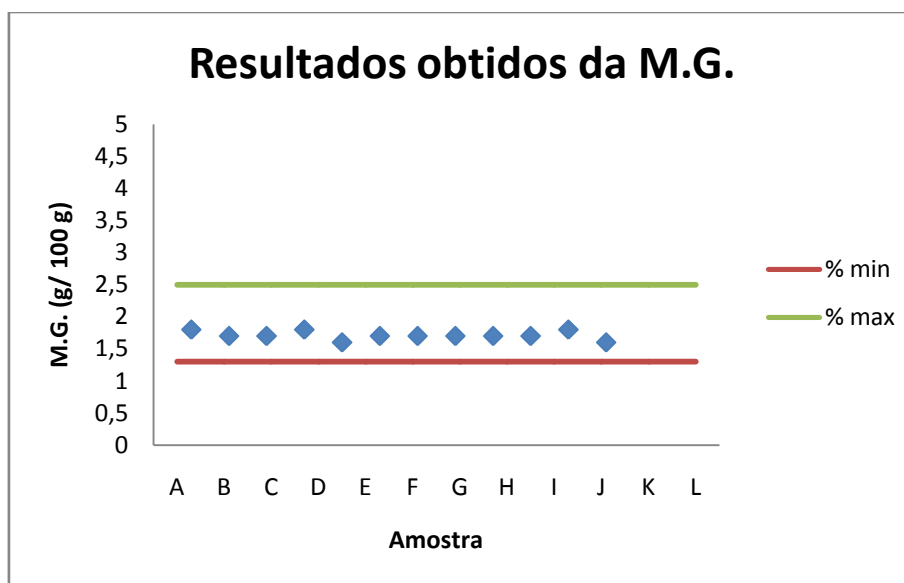


Figura 22 - Resultados obtidos para a matéria gorda, com os respectivos limites impostos pelo circuito.

A análise da figura 22 permite concluir que todos os resultados determinados para o teor de matéria gorda das amostras de “Plat cuisiné” estão dentro dos limites referidos nos ensaios laboratoriais (os valores de matéria gorda variaram entre 1,6 e 1,8 g/ 100 g). Calculando o erro associado entre a média dos resultados da matéria gorda (1,7 g/ 100 g - tabela 10) e o valor de referência do material certificado – 1,9 g/ 100 g (que se encontra para consulta no anexo E.2.), obteve-se o valor de -11,1 %. Já o valor do z-score para este ensaio foi de -1,0. Tais resultados permitem concluir que o facto de existir um erro superior a 10% não implica que o resultado experimental seja questionável, uma vez que o valor do seu z-score associado está compreendido entre ± 2 . Este resultado torna o método válido.

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

Tabela 10 - Resultados calculados da matriz Plat cuisiné à base de viande com as respectivas médias.

Amostra	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	L	Média (g/ 100 g)	Desvio Padrão
A.G. saturados (g/ 100 g)	0,69	0,65	0,65	0,70	0,63	0,65	0,65	0,68	0,64	0,65	0,70	0,62	0,66	0,027
A.G.monoinsaturados (g/ 100 g)	0,66	0,61	0,61	0,65	0,58	0,61	0,62	0,62	0,60	0,60	0,65	0,56	0,61	0,029
A.G. polinsaturados (g/ 100 g)	0,32	0,30	0,30	0,31	0,28	0,30	0,31	0,30	0,30	0,30	0,32	0,27	0,30	0,014
A.G. <i>trans</i> (g/ 100 g)	0,11	0,10	0,10	0,11	0,10	0,10	0,10	0,11	0,10	0,11	0,11	0,10	0,11	0,0051
A.G. Totais (g/ 100 g)	1,78	1,66	1,66	1,77	1,59	1,66	1,68	1,70	1,65	1,65	1,77	1,55	1,68	0,070
% Matéria Gorda (g/ 100 g)	1,8	1,7	1,7	1,8	1,6	1,7	1,7	1,7	1,7	1,7	1,8	1,6	1,7	0,067
% Insaponificável (g/ 100 g)	0,02	0,04	0,04	0,03	0,01	0,04	0,02	0,00	0,05	0,05	0,03	0,05	0,03	0,016

Segundo a tabela 10, é possível referir que a matriz “Plat cuisiné à base de viande” apresenta em média um teor de:

- $0,66 \pm 0,027$ g/ 100 g de ácidos gordos saturados;
- $0,61 \pm 0,029$ g/ 100 g de ácidos gordos monoinsaturados;
- $0,30 \pm 0,014$ g/ 100 g de ácidos gordos polinsaturados;
- $0,11 \pm 0,0051$ g/ 100 g de ácidos gordos *trans*;
- $1,7 \pm 0,067$ g/ 100 g de matéria gorda;
- $0,03 \pm 0,016$ g/ 100 g de insaponificável.

Assim, para a matriz em análise considera-se que esta série de resultados permitiu a validação do método na sua totalidade (validação do perfil de ácidos gordos e do teor de matéria gorda).

3.2. Análise das amostras

Tal como foi referido no início deste capítulo foi analisada uma matriz relativa a cada um dos grupos enunciados no subcapítulo 2.2.5., um fiambre, um leite gordo, um queijo, um ovo, um amendoim e um óleo de girassol. Os resultados da composição em ácidos gordos e do teor de gordura, obtidos com o método implementado, foram comparados com os obtidos pelo método actualmente em aplicação no laboratório (teor em ácidos gordos saturados, monoinsaturados e polinsaturados) e com os valores obtidos pelo método gravimétrico, respectivamente.

3.2.1. Análise dos resultados relativos ao fiambre

A figura 23 apresenta o cromatograma relativo à amostra de fiambre, com a identificação dos ácidos gordos, tendo em conta os tempos de retenção obtidos com a mistura de padrões C37. A tabela 11 apresenta os resultados calculados.

Data File Z:\1\DATA\SIG11181.D
Sample Name: 58128

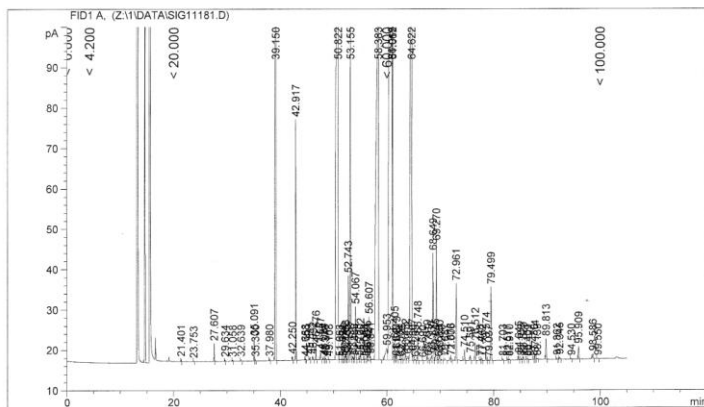
```

=====
Acq. Operator   :                               Location : Vial 1
Acq. Instrument : Instrument 1                  Inj       : 1
Injection Date  : 11/2/2011 4:20:42 PM         Inj Volume: Manually

Acq. Method    : C:\CHEM32\1\METHODS\AOAC.M
Last changed   : 11/2/2011 4:16:42 PM
                (modified after loading)
Analysis Method: C:\CHEM32\1\METHODS\AC_GORD.M
Last changed   : 11/3/2011 8:35:35 AM
                (modified after loading) (Current integration events modified)
Sample Info    : Fiambre
                  Coluna 7GA
                  Equipamento 101A
                  Coluna 1GB
                  Equipamento 101 A
    
```

Data File Z:\1\DATA\SIG11181.D
Sample Name: 58128

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
4	29.634	BB	0.0984	2.42035	3.79556e-1	0.00874
5	31.058	BB	0.0798	1.45189	2.93150e-1	0.00524
6	32.639	BB	0.1075	2.69805	3.68131e-1	0.00974
7	35.091	BV	0.0834	29.69180	5.64113	0.10723
8	35.300	VB	0.0901	2.20765	3.57263e-1	0.00797
9	37.980	BB	0.0961	2.22904	3.50770e-1	0.00805
10	39.150	BB	0.1222	2046.69385	238.32864	7.39122
11	42.250	BB	0.0990	5.68668	8.84285e-1	0.02054
12	42.917	BB	0.0927	350.86694	59.60495	1.26709
13	44.658	BV	0.0796	1.24734	2.44296e-1	0.00450
14	44.763	VB	0.0728	1.24724	2.31523e-1	0.00450
15	45.511	BB	0.0971	4.99916	7.76875e-1	0.01805
16	46.092	BB	0.0817	4.21088	7.95863e-1	0.01521
17	46.676	BB	0.0876	20.26267	3.60420	0.07317
18	47.557	BB	0.1390	18.48372	1.94295	0.06675
19	48.084	BB	0.0885	2.96418	5.19983e-1	0.01070
20	48.376	BB	0.0845	9.19921e-1	1.71691e-1	0.00332
21	48.547	VB	0.1070	2.28689	3.14022e-1	0.00826
22	49.108	BB	0.0748	1.01792	1.83315e-1	0.00368
23	50.822	BV	0.2194	5908.69629	349.18271	21.33807
24	51.063	VB	0.2376	2.70958	1.45271e-1	0.00979
25	51.672	VB	0.1376	1.94185	1.83328e-1	0.00701
26	51.794	VV	0.0835	8.33974e-1	1.28826e-1	0.00301
27	52.062	VV	0.1154	6.58160	8.78241e-1	0.02377
28	52.268	VV	0.0922	7.59392	1.26231	0.02742
29	52.465	VV	0.0835	1.37547	2.30781e-1	0.00497
30	52.743	VV	0.0935	124.18712	20.83976	0.44848
31	53.155	VB	0.1049	572.40723	84.69088	2.06713
32	53.587	BV	0.0944	4.77357	8.13996e-1	0.01724
33	53.858	VV	0.0858	2.10088	3.72486e-1	0.00759
34	54.067	VB	0.1233	102.89189	13.15211	0.37157
35	54.720	BV	0.1174	2.34161	2.99040e-1	0.00846
36	55.002	VB	0.1044	11.64224	1.68992	0.04204
37	55.653	VB	0.0893	1.10242	1.54427e-1	0.00398
38	56.054	VV	0.2149	3.69533	2.04376e-1	0.01334
39	56.285	VV	0.1071	7.04972	1.01411	0.02546
40	56.421	VV	0.0882	4.14575	7.09458e-1	0.01497
41	56.607	VV	0.1101	75.17899	10.68704	0.27149
42	56.841	VV	0.1134	5.75942	7.86936e-1	0.02080
43	58.383	BB	0.2848	3052.18970	134.47272	11.02237
44	59.953	VB	0.3166	71.12833	2.87562	0.25687
45	60.915	VV	0.3023	9574.29395	404.22662	34.57565
46	61.062	VV	0.0885	637.85071	111.97348	2.30347
47	61.405	VV	0.1022	31.83779	4.75061	0.11498
48	61.649	VV	0.0773	1.81928	3.25117e-1	0.00657
49	61.813	VB	0.1165	16.90648	2.17964	0.06105
50	62.504	BV	0.1041	1.32804	1.71955e-1	0.00480
51	62.795	VB	0.1156	3.51834	4.79410e-1	0.01271
52	63.452	VB	0.1572	17.35308	-1.69889	0.06267
53	63.902	VV	0.2000	13.31127	9.24651e-1	0.04807
54	64.622	VV	0.1888	3814.75952	270.04730	13.77624
55	64.807	VB	0.0903	9.60994	1.59432	0.03470
56	65.265	BB	0.0980	1.79578	2.38006e-1	0.00649
57	65.748	BB	0.1098	42.88410	6.11727	0.15487
58	66.690	BB	0.0953	8.75677e-1	1.19751e-1	0.00316
59	67.519	BV	0.1156	10.60722	1.44552	0.03831
60	67.719	VB	0.1246	4.49231	5.53894e-1	0.01622
61	68.330	BV	0.1431	11.90573	1.16629	0.04300
62	68.649	VB	0.1106	197.75896	26.64974	0.71417
63	69.045	BV	0.0961	11.08037	1.74402	0.04001



Area Percent Report

```

Sorted By      : Signal
Multiplier:    : 1.0000
Dilution:      : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
    
```

Signal 1: FID1 A,

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	21.401	BB	0.0732	2.64974	5.40717e-1	0.00957
2	23.753	VB	0.0822	8.14171e-1	1.28035e-1	0.00294
3	27.607	BB	0.0801	22.67350	4.40022	0.08188

C12:0
 C13:0
 C14:0
 C15:0
 C16:0
 C16:1 2,51561
 C17:0
 C17:1
 C18:0
 C18:1 37,06652
 C18:2 0,12345
 C18:2
 C20:0
 C20:1

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

e Z:\1\DATA\SIG11181.D
Name: 58128

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %	
64	69.270	VB	0.1123	210.30325	29.11717	0.75947	C17:3n3
65	69.659	BV	0.0945	2.10741	3.05431e-1	0.00761	
66	69.850	VV	0.1199	11.54764	1.40500	0.04170	
67	70.210	VB	0.1380	2.53731	2.38630e-1	0.00916	
68	70.887	BB	0.1616	4.97880	4.04545e-1	0.01798	
69	71.878	BV	0.1210	4.88493	6.26227e-1	0.01764	
70	72.006	VB	0.1072	3.64326	4.98974e-1	0.01316	
71	72.961	BB	0.1172	148.92987	19.04345	0.53783	C20:2
72	74.510	BB	0.1219	21.33345	2.65117	0.07704	C22:0
73	75.591	BB	0.1277	9.95348	1.21344	0.03595	
74	76.512	BB	0.1245	36.78151	4.44677	0.13283	C20:3n6
75	77.448	BV	0.1079	2.66678	3.11486e-1	0.00963	
76	77.762	VB	0.1150	4.12733	5.07092e-1	0.01491	
77	78.574	BB	0.1346	29.03096	3.43391	0.10484	C20:3n3
78	79.037	BB	0.1121	1.28905	1.59893e-1	0.00466	
79	79.499	BB	0.1361	162.67921	18.23650	0.58748	C20:4n6
80	81.703	BB	0.1122	2.83086	3.36423e-1	0.01022	
81	82.577	BV	0.1091	2.62709	3.15631e-1	0.00949	
82	82.910	VB	0.1041	2.15773	2.85633e-1	0.00779	
83	84.645	BB	0.1150	7.46410	1.02502	0.02696	
84	85.109	BB	0.1145	2.34708	3.02630e-1	0.00848	
85	85.529	BB	0.1234	5.69016	7.26224e-1	0.02055	
86	86.151	BV	0.1051	1.53476	1.92269e-1	0.00554	
87	86.409	VB	0.0986	1.15668	1.59454e-1	0.00418	
88	87.480	BV	0.1043	8.47597e-1	1.14594e-1	0.00306	
89	87.714	VB	0.1186	8.32813	1.12168	0.03008	
90	88.139	BB	0.0938	1.06900	1.56222e-1	0.00386	
91	89.813	BB	0.1273	42.45473	5.08967	0.15332	
92	91.862	BB	0.1150	3.32180	3.49079e-1	0.01200	
93	92.345	BB	0.1578	5.72104	5.30591e-1	0.02066	
94	94.530	BB	0.1289	1.80346	1.71177e-1	0.00651	
95	95.909	BB	0.1418	29.02733	3.14267	0.10483	
96	98.586	BB	0.1507	12.66240	1.24485	0.04573	
97	99.550	BB	0.0966	9.83991e-1	1.29507e-1	0.00355	
Totals :				2.76909e4	1879.23541		

*** End of Report ***

Figura 23 - Cromatograma relativo à amostra de Fiambre.

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

Tabela 11 - Resultados calculados para posterior cálculo dos ácidos gordos saturados, monoinsaturados, polinsaturados e da matéria gorda da amostra de fiambre.

Fiambre	Área (%)	Área corrigida (%; centésimas)	Ri	WFAMEi	ftGi	WTGi	fAGi	WAGi	Grupo
C4:0	0,0000	0,000	0,680	0,0000	0,9868	0,0000	0,8627	0,0000	S
C6:0	0,0000	0,000	0,827	0,0000	0,9897	0,0000	0,8923	0,0000	S
C8:0	0,0000	0,000	0,932	0,0000	0,9915	0,0000	0,9029	0,0000	S
C10:0	0,0000	0,000	0,990	0,0000	0,9928	0,0000	0,9114	0,0000	S
C11:0	0,0000	0,000	1,000	0,0000	0,9933	0,0000	0,9247	0,0000	S
C12:0	0,1072	0,118	1,005	0,1768	0,9937	0,1757	0,93	0,1644	S
C13:0	7,3912								S
C14:0	1,2671	1,388	0,988	2,1256	0,9945	2,1140	0,9421	2,0026	S
C14:1	0,0000	0,000	0,969	0,0000	0,9944	0,0000	0,9417	0,0000	M
C15:0	0,0732	0,080	0,961	0,1262	0,9948	0,1255	0,9453	0,1193	S
C15:1	0,0000	0,000	0,952	0,0000	0,9947	0,0000	0,9449	0,0000	M
C16:0	21,3381	23,382	0,938	37,6826	0,995	37,4942	0,9481	35,7269	S
C16:1	2,5156	2,757	0,858	4,8602	0,995	4,8359	0,9477	4,6060	M
C17:0	0,3716	0,407	0,877	0,7020	0,9953	0,6987	0,9507	0,6674	S
C17:1	0,2715	0,297	0,894	0,5033	0,9952	0,5009	0,9503	0,4783	M
C18:0	11,0224	12,078	0,843	21,6544	0,9955	21,5570	0,953	20,6366	S
C18:1n9t	0,2569	0,281	0,826	0,5151	0,9955	0,5128	0,9527	0,4908	T
C18:1n9c	37,0665	40,617	0,888	69,1351	0,9955	68,8240	0,9527	65,8650	M
C18:2n6t	0,1235	0,135	0,824	0,2481	0,9954	0,2469	0,9524	0,2363	T
C18:2n6c	13,7762	15,096	0,878	26,0020	0,9954	25,8824	0,9524	24,7643	P
C20:0	0,1549	0,170	0,760	0,3375	0,9959	0,3361	0,957	0,3229	S
C18:3n6	0,0000	0,000	0,861	0,0000	0,9954	0,0000	0,952	0,0000	P
C20:1	0,7142	0,783	0,744	1,5894	0,9961	1,5832	0,9568	1,5208	M
C18:3n3	0,7595	0,832	0,853	1,4744	0,9954	1,4677	0,952	1,4037	P
C21:0	0,0000	0,000	0,729	0,0000	0,9961	0,0000	0,9588	0,0000	S
C20:2	0,5378	0,589	0,764	1,1655	0,9958	1,1606	0,9565	1,1148	P
C22:0	0,0770	0,084	0,707	0,1805	0,9962	0,1798	0,9565	0,1727	S
C20:3n6	0,1328	0,146	0,767	0,2869	0,9958	0,2857	0,9562	0,2743	P
C22:1n9	0,0000	0,000	0,700	0,0000	0,9962	0,0000	0,9602	0,0000	M
C20:3n3	0,1048	0,115	0,674	0,2578	0,9958	0,2567	0,9562	0,2465	P
C20:4n6	0,5875	0,644	0,761	1,2784	0,9958	1,2730	0,956	1,2221	P
C23:0	0,0000	0,000	0,650	0,0000	0,9964	0,0000	0,962	0,0000	S
C22:2	0,0000	0,000	0,697	0,0000	0,9962	0,0000	0,96	0,0000	P
C24:0	0,0000	0,000	0,671	0,0000	0,9965	0,0000	0,9963	0,0000	S
C20:5	0,0000	0,000	0,749	0,0000	0,9958	0,0000	0,9557	0,0000	P
C24:1	0,0000	0,000	0,670	0,0000	0,9965	0,0000	0,9632	0,0000	M
C22:6n3	0,0000	0,000	0,509	0,0000	0,9961	0,0000	0,959	0,0000	P
Σ	91,2582	100,000				165,9083			

Ácidos Gordos: S – Saturados; M – Monoinsaturados; P – Polinsaturados; T – *trans*; Ri: Factor de resposta individual; WFAMEi: quantidade de cada FAME na amostra; ftGi: factor de conversão individual de um FAME para um triglicérido; WTGi: quantidade de cada triglicérido na amostra; fAGi: factor de conversão individual de um FAME para o ácido gordo correspondente; WAGi: quantidade de cada ácido gordo.

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

A figura 23 representa o cromatograma relativo à amostra de fiambre. Na execução desta análise efectuou-se a adição do padrão interno (C13:0) que irá permitir a quantificação da matéria gorda e consequentemente dos teores em ácidos gordos saturados, monoinsaturados e polinsaturados.

Analisando a tabela 11 são vários os parâmetros calculados até se chegar aos teores de matéria gorda e dos vários grupos de ácidos gordos. Assim, torna-se necessário referir que apenas a primeira coluna (% Área) é obtida do cromatograma. A coluna relativa à “Área corrigida em %” é relativa aos resultados da coluna anterior mas reportada para um valor final de 100% e os Ri correspondem aos factores de resposta já calculados aquando da validação do método. Já a coluna seguinte (WFAMEi) corresponde à quantidade de cada FAME na amostra. Para que o cálculo da matéria gorda seja possível é necessário efectuar uma passagem de FAME para triglicérido. Este passo é efectuado através da multiplicação pelo respectivo factor de correcção obtido directamente da literatura⁴². Efectuando o somatório do resultado anterior e tendo em conta a massa de amostra usada para a análise obtêm-se o teor de matéria gorda da matriz em estudo. Para a determinação do teor em ácidos gordos é necessário efectuar mais uma conversão, mas desta vez relativa à passagem de FAME para ácido gordo. Obtido este resultado é necessário efectuar o somatório das famílias, ou seja, fazer o somatório daqueles que são saturados (S), monoinsaturados (M), polinsaturados (P) e *trans* (T). Depois destes cálculos, é importante ter em consideração a massa usada para a posterior obtenção dos teores em ácidos gordos. A tabela seguinte compara os resultados obtidos com os 2 métodos.

Tabela 12 - Teores em ácidos gordos e gordura da amostra de fiambre, obtidos pelos dois métodos.

	Resultados (g/ 100 g)	
	Método novo	Método corrente
Teor em ácidos gordos saturados	2,9	2,9
Teor em ácidos gordos monoinsaturados	3,5	3,5
Teor em ácidos gordos polinsaturados	1,4	1,2
% matéria gorda	8,0	7,7

Pela análise da tabela 12 verifica-se que, relativamente aos ácidos gordos, a única diferença reside nos ácidos gordos polinsaturados, sendo os resultados obtidos pelo novo método ligeiramente mais elevados. Tal como já havia sido referenciado, uma das limitações do método corrente é a necessidade das amostras irem à estufa, o que provoca a degradação desta classe de ácidos gordos, da qual fazem parte os ómega 3 e 6. Já o teor de matéria gorda é ligeiramente mais elevado. Tal situação já era previsível uma vez que todos os métodos analíticos possuem uma percentagem de erro associada. Assim torna-se necessário efectuar o cálculo do erro associado entre os dois resultados obtidos, neste caso por métodos diferentes. A determinação deste erro permite avaliar a concordância, ou não, destes resultados (erro associado entre os dois ensaios é de 3,82 %). Este valor é obtido efectuando a média dos dois ensaios (valor médio = $(8,0+7,7) / 2 = 7,85$ g/ 100g) e posteriormente efectuar o quociente da diferença dos resultados pela média obtida anteriormente $((8,0-7,7)/7,85=0,0382)$. Reportando este resultado para 100% obtêm-se o valor de 3,82%. Na Silliker, quando se efectuam confirmações de resultados, os valores obtidos são considerados aceitáveis quando o erro existente entre os resultados é inferior a 10%. Sendo este erro de 3,82%, os resultados obtidos são considerados aceitáveis. Todos os resultados relativos ao método corrente encontram-se no anexo F.1..

3.2.2. Análise dos resultados relativos ao leite gordo, ao queijo, ao amendoim e aos ovos com ómega 3

Os resultados relativos às amostras de leite gordo, queijo, amendoim e ovos com ómega 3 irão ser discutidas em conjunto de modo a não tornar o processo repetitivo. Todos os cromatogramas relativos a estas amostras, assim como os resultados calculados encontram-se no anexo F. (para os dois métodos). A tabela 13 contém todos os resultados relativos às amostras enunciadas assim como o desvio que existe entre os dois resultados. Este cálculo tem como objectivo mostrar a diferença que existe entre os dois resultados e não avaliar qual dos dois está mais correcto, uma vez que todos os métodos têm um erro associado.

Tabela 13 - Teores em ácidos gordos e gordura das amostras de leite gordo, queijo, amendoim e ovos obtidos pelos dois métodos.

	Leite gordo			Queijo			Amendoim			Ovos com ómega 3		
	Método novo	Método corrente	% erro	Método novo	Método corrente	% erro	Método novo	Método corrente	% erro	Método novo	Método corrente	% erro
Teor em ácidos gordos saturados (g/ 100 g)	2,16	2,26	4,42	15,03	16,11	6,70	8,9	10,5	15,2	2,9	2,7	-7,4
Teor em ácidos gordos monoinsaturados (g/ 100 g)	0,93	0,92	-1,09	7,06	7,34	3,81	19,9	21,1	5,7	3,9	4,1	3,9
Teor em ácidos gordos polinsaturados (g/ 100 g)	0,09	0,08	-12,50	0,75	0,73	-2,74	17,4	19,0	8,4	2,4	1,9	-26,3
% matéria gorda	3,09	3,40	9,12	22,1	25,25	12,50	48,3	51,1	5,5	9,1	8,8	-3,4

Analisando a tabela 13, verifica-se que para o leite gordo, os teores de ácidos gordos saturados e de matéria gorda são mais baixos para o método novo do que para o método corrente, ao contrário do que acontece para os ácidos gordos monoinsaturados e polinsaturados que são mais elevados. Para a amostra de queijo, os ácidos gordos saturados, monoinsaturados e o teor de gordura são mais baixos para o método novo, enquanto que é mais elevado para os ácidos gordos polinsaturados. Relativamente ao amendoim, todos os resultados relativos aos ácidos gordos e à matéria gorda são mais elevados para o método corrente. Quanto à amostra dos ovos com ómega 3, a grande diferença de resultados reside no teor de ácidos gordos polinsaturados que é mais elevada para o método novo. Tal situação poderá ser explicada pelo facto de no método corrente as amostras necessitem de ir à estufa e provavelmente existiu degradação de parte dos ácidos gordos polinsaturados, nomeadamente do ómega 3. Os teores de ácidos gordos saturados e de matéria gorda foram também mais elevados. Já o resultado de ácidos gordos monoinsaturados é ligeiramente mais elevado para o método corrente.

3.2.3. Análise dos resultados relativos ao óleo de girassol

Para a análise desta amostra é necessário analisar o perfil dos ácidos gordos, uma vez que o teor de gordura não é determinado, visto que a amostra já é a própria gordura (100 % de gordura). A tabela 14 apresenta os ácidos gordos avaliados para uma amostra de óleo.

Tabela 14 - Perfil de ácidos gordos de um óleo de girassol para os dois métodos.

Ácidos gordos componentes	Método Novo (%)	Método corrente (%)
C 12:0 Ácido Láurico	< 0,05 (LQ)	< 0,05 (LQ)
C 14:0 Ácido Mirístico	0,1	0,1
C 16:0 Ácido Palmítico	6,6	6,5
C 16:1 Ácido Palmitoleico	0,2	0,1
C 17:0 Ácido n-Heptadecanóico	< 0,05 (LQ)	< 0,05 (LQ)
C 17:1 Ácido 9-Heptadecenóico	< 0,05 (LQ)	< 0,05 (LQ)
C 18:0 Ácido Esteárico	3,3	3,3
C 18:1 Ácido Oleico	28,9	28,9
C 18:2 Ácido Linoleico	59,6	59,7
C 18:3 Ácido Linolénico	0,2	0,2
C 20:0 Ácido Araquídico	0,3	0,2
C 20:1 Ácido 9-Eicosenóico	0,2	0,2
C 22:0 Ácido Beénico	0,7	0,6
C 22:1 Ácido 13-Docosenóico	< 0,05 (LQ)	< 0,05 (LQ)
C 24:0 Ácido Linhocérico	0,2	0,2

Os resultados discriminados na tabela 14 são relativos aos dois métodos e verifica-se que os resultados são bastante idênticos, existindo apenas diferenças máximas de uma décima, como é o caso do C16:0, do C16:1, do C18:2; do C20:0 e do C22:0.

Em resumo, os dois métodos foram comparados e como seria de esperar apresentam diferenças nos resultados obtidos. Esta situação é perfeitamente normal, pois frequentemente com o mesmo método podem-se obter resultados diferentes para a mesma amostra, claro que sempre dentro de certos limites de repetibilidade.

No caso dos ácidos gordos do óleo de girassol os 2 métodos apresentam resultados muito semelhantes. É preciso referir que se trata de uma amostra constituída unicamente por lípidos. No caso das outras amostras alimentares, fiambre, leite gordo, queijo, ovo com ómega 3 e amendoim são amostras com composições mais complexas em termos de nutrientes (proteínas e hidratos de carbono) que acabam por interferir, o que de certa forma justifica os resultados obtidos.

Outra situação a salientar, e que pode ser responsável pela diferença de resultados, tem a ver com o facto de se ter usado amostras congeladas para a determinação de alguns ácidos gordos para os dois métodos analisados.

A implementação deste novo método, além de ter sido imposta pelo grupo Silliker, apresenta vantagens em relação ao método corrente. Trata-se de um método que permite o cálculo da matéria gorda, ao contrário do que acontece com o método corrente (a matéria gorda era obtida pelo método gravimétrico). É também necessário referir que, para o método corrente, no cálculo dos teores em ácidos gordos saturados, monoinsaturados e polinsaturados recorre-se a um factor correctivo de 0,99 (consultar o exemplo de cálculo no anexo F.1.1.1.1.) que foi obtido da literatura¹⁵, através da média do insaponificável das amostras. Ora, tal situação não é a mais correcta, uma vez que na validação do método se verificou que o teor do insaponificável variava de amostra para amostra (insaponificável "Patê à Tartinier" = 1,47 g/ 100 g; insaponificável "Mélange Nutritif" = 0,26 g/ 100 g; insaponificável "Plat cuisiné" = 0,03 g/ 100 g). Outra característica importante está também relacionada com a coluna usada no novo método. Trata-se de uma coluna de 100 metros, que permite uma melhor separação dos diversos ácidos gordos, ao contrário da coluna usada no método corrente, que apresenta apenas 60 metros, dificultando a identificação dos picos.

4. Conclusões e sugestões para trabalho futuro

A segurança alimentar é um conjunto de normas de produção, transporte e armazenamento de matérias-primas e produtos transformados que garantem a adequabilidade dos alimentos ao consumo. Estas regras são internacionais para que os alimentos possam satisfazer as necessidades comerciais e sanitárias, numa perspectiva de sustentabilidade.

Um conceito importante na garantia de um alimento saudável é o dos "perigos", que podem ser de origem biológica, química ou física. O controlo da qualidade é pois uma necessidade permanente e contínua. Por outro lado, a informação da qualidade, composição, validade dos produtos tem que estar acessível ao consumidor, cada vez mais bem informado e consequentemente mais exigente.

A Silliker responde a algumas destas preocupações, prestando serviços às empresas e portanto à comunidade. Neste trabalho desenvolveram-se metodologias para a determinação do teor de matéria gorda e do perfil de ácidos gordos em géneros alimentícios, em alternativa a métodos existentes e implementados na empresa.

As amostras foram sujeitas a um pré-tratamento. A matéria gorda foi extraída por hidrólise (ácida na grande maioria dos alimentos, básica no caso dos produtos lácteos e a combinação das duas no caso dos queijos). O pirogalol (1,2,3-benzenotriol) é adicionado para minimizar a degradação oxidativa dos ácidos gordos durante a análise. Uma quantidade conhecida do triacilglicerol em C13:0 (tritridecanoato de glicerilo) é adicionada como padrão interno, a fim de quantificar os ácidos gordos. Seguidamente, a matéria gorda é extraída com éter dietílico e éter de petróleo e posteriormente metilada com trifluoreto de boro em metanol (permite a formação de ésteres metílicos de ácidos gordos). Posteriormente, a mistura é analisada e os ácidos gordos detectados por GC-FID. A identificação dos ácidos gordos foi possível com a ajuda de uma mistura padrão, que dá indicação da ordem de eluição dos ácidos gordos presentes e permite pelo método de adição confirmar o ácido gordo em questão. Os resultados expressam-se de acordo com o produto alimentar. Finalmente, o teor de ácidos gordos é convertido, matematicamente, em triglicéridos e a soma destes corresponde ao valor da matéria gorda da amostra inicial.

Os métodos foram validados no que se refere à determinação dos ácidos gordos componentes, quer à matéria gorda. O método foi aplicado a um fiambre, um leite gordo, um queijo, um ovo, um amendoim e um óleo de girassol. Os resultados da composição em ácidos gordos e do teor de gordura, obtidos com o método agora implementado, foram comparados com os obtidos pelo método antigo (ácidos gordos saturados, monoinsaturados e polinsaturados) e com os valores obtidos pelo método gravimétrico, respectivamente. Neste estudo é possível garantir a qualidade dos resultados, sendo que a metodologia desenvolvida apresenta melhor eficiência do que a anterior.

Outros estudos poderão ser efectuados de forma a melhor avaliar a razão custo-benefício das metodologias desenvolvidas.

5. Bibliografia

- 1 - Prado, I.; Prado, J.; Prado, I.; Rotta, P.; et tal. "The influence of dietary soybean and linseed on the chemical composition and fatty acid profile of the Longissimus muscle of feedlot-finished bulls ", *Journal of Animals and Feed Sciences*, 17,307-317, 2008.
- 2 - Scollan, N.; Hocquette, J.; Nuerenberg, K.; Dannenberger, D.; Richardson, I.; Moloney, A.; "Innovations in beef production systems that enhance the nutritional and health value of beef lipids and their relationship with meat quality ", *Meat Science*, 74(1), 17-33, 2006.
- 3 - Biesalski, H.; "Meat as a component of a healthy diet- are there any risks or benefits if meat is avoided in the diet?", *Meat science*, 70, 509-524, 2005.
- 4 - Funck, L.; Barrera-Arellano, D.; Block, J.; "Ácido linoléico conjugado (CLA) e sua relação com a doença cardiovascular e os factores de risco associados ", *ALM*, 56, 2006.
- 5 - Flandrin, J. L. ; Montanari, M. ; *História da Alimentação II*, Lisboa, Terramar, 460 Páginas, 2001.
- 6 - FAO; WHO, "Fats and oils in human nutrition", Report of a joint expert consultation; Roma; 1993
- 7 - Blei, I.; Odian, G.; "Organic and Biochemistry, connecting chemistry to your life "W.H. Freeman: New York 332-358, 1999.
- 8 - Lehninger, A.; Nelson, D.; Cox, M.; "*Lehninger principles of biochemistry*", Fifth Edition, W.H. Freeman: New York, 2008.
- 9 - Lodish, Harvey F.; "Molecular cell biology", Fifth Edition, W. H. Freeman: New York, 2004).
- 10 - Torkko, J.; "characterization of mitochondrial 2-enoyl thioester reductase involved in respiratory competence", chapter 2, 2003.
- 11 - Berg, J.; Tymoczko, J.; Stryer, L.; "Bioquímica" Guanabara Koogan, 5th edition, chapter 22, 2004.
- 12 - Christie, W.; "What lipids do ", *The Lipid Library*, www.lipidlibrary.co.uk, 2009a.
- 13 - Christie, W.; "Fatty acids: straight-chain saturate", *The Lipid Library*, www.lipidlibrary.co.uk, 2009b.
- 14 - Christie, W.; "Fatty acids: straight-chain monoenoic", *The Lipid Library*, www.lipidlibrary.co.uk, 2009c.
- 15 - Karleskind, A.; "Manuel des Corps Gras" Lavoisier tec & doc, Paris, 591-619, 1992.
- 16 - Christie, W.; "Fatty acids: methylene-interrupted double bonds", *The Lipid Library*, www.lipidlibrary.co.uk, 2009d.
- 17 - Simopoulos, A.; "The importance of the omega-6/ omega-3 fatty acid ratio in cardiovascular disease and other chronic diseases", *Experimental biology and medicine* (Maywood, NJ) 233 (6), 674-88, 2008.
- 18 - Raes, K.; Balcaen, A.; Dirinck, P.; De Winne, A.; Claeys, E.; Demeyer, D.; et al; "Meat quality, fatty acid composition and flavour analysis in Belgian retail beef"; *Meat Science*, 65(4) , 1237-1245, 2003.
- 19 - Higgs, J.; "Nutrition Handbook for food Processors, 1-38, 2002.
- 20 - Iso, H.; Kobayashi, M.; Ishihara, J.; Sasaki, S.; Okada, K.; Kita, Y.; et al; "JPHC Study Group. Intake of fish and n3 fatty acids and risk of coronary heart disease among Japanese: the Japan Public Health Center-Based (JPHC) Study Cohort I", *Circulation*. 2006; 113(2):195-202).

- 21 - Jump, D.B.; "n-3 polyunsaturated fatty acid regulation of hepatic gene transcription", *Curr Opin Lipidol.* 2008; 19(3):242-7.
- 22 - James, M.J.; Gibson, R.A.; Cleland, L.G.; "Dietary polyunsaturated fatty acids and inflammatory mediator production", *Am J Clin Nutr.* 2000; 71 (1Suppl): 343S-8S.
- 23 - Mozaffarian, D.; Ascherio, A.; Hu, F.B.; Stampfer, M.J.; Willett, W.C.; Siscovick, D.S.; et al. "Interplay between different polyunsaturated fatty acids and risk of coronary heart disease in men", *Circulation.* 2005; 111(2):157-64.
- 24 - Sommerfeld, M.; "Trans unsaturated fatty acids in natural products and processed foods", *Prog Lipid Res.* 1983;22(3):221-33.
- 25 - Matthan, N.R.; Welty, F.K.; Barrett, P.H.; Haraus, C.; Dolnikowski, G.G.; Parks, J.S.; et al. "Dietary hydrogenated fat increases high-density lipoprotein apoA-I catabolism and decreases low-density lipoprotein apoB-100 catabolism in hypercholesterolemic women". *Arterioscler Thromb Vasc Biol.* 2004; 24(6):1092-7).
- 26 - Matthan, N.R.; Cianflone, K.; Lichtenstein, A.H.; Ausman, L.M.; Jauhiainen, M.; Jones, P.J.; "Hydrogenated fat consumption affects acylation-stimulating protein levels and cholesterol esterification rates in moderately hypercholesterolemic women", *J Lipid Res.* 2001;42(11):1841-8
- 27 - Zapolska-Downar, D.; Kosmider, A.; Naruszewicz, M.; "Trans fatty acids induce apoptosis in human endothelial cells", *J Physiol Pharmacol.* 2005; 56(4):611-25).
- 28 - Schmid, A.; Collomb, M.; Sieber, R.; Bee, G.; "Conjugated linoleic acid in meat and meat products: A review", *Meat Science*, 73(1), 29-41, 2006.
- 29 - Serra, A.; Mele, M.; Comba, F.; Conte, G.; Buccioni, A.; & Secchiari, P.; "Conjugated Linoleic acid (CLA) content of meat from three muscles of massese suckling lambs slaughtered at different weights", *Meat Science*,81 (2)396-404, 2009.
- 30 - De La Torre, A.; Gruffat, D.; Durand, D.; Micol, D.; Peyron, A.; Scislawski, V.; et al; "Factors influencing proportion and composition of CLA in beef", *Meat Science* , 73,258-268, 2006.
- 31 - Rodriguez-Alcalá, L.; Harte, F.; Fontecha, J.; "Fatty acid profile and CLA isomers content of cow, ewe and goat milk processed by high pressure homogenization innovative", *Food sciences and Emerging Technologies*, 10(1), 32-36, 2009.
- 32 - Pariza, M.; Park, Y.; Cook, M.; "The biologically active isomers of conjugated linoleic acid- a review", *Progress in lipid Research*, 40 (4), 283-298, 2001.
- 33 - Bessa, R.; Lourenço, M.; Portugal, V.; Santos-Silva, J.; "Effects of previous diet and duration of soybean oil supplementation on light lambs carcass composition, meat quality and fatty acid composition", *Meat Science*, 80110-1105, 2008.
- 34 - Cordain, L.; Watkins, B.; Florant, G.; Kelher, M.; Rogers, L.; et al. "Fatty acid analysis of wild ruminant tissues: evolutionary implications for reducing diet-related chronic disease", *European Journal of Clinical Nutrition*, 56, 181-191, 2002.
- 35 - Bauman, J., "Conjugated Linoleic Acid (CLA) and milk fat: A Good News Story"2002.
- 36 - Kim, K. H.; Park, S.; "Dietary supplementation of conjugated linoleic acid reduces colon tumor incidence in DMH-treated rats by increasing apoptosis with modulation of biomarkers ", *Nutrition (Burbank, Los Angeles County, Calif)*, 19(9), 772-777, 2003.
- 37 - Pariza, M.; Park, Y.; Cook, M.; "Conjugated linoleic acid and the control of cancer and obesity " *Toxicological sciences: an official journal of society of toxicology*, 52(2), 107-110, 1999.

38 - Wang, Y.; & Jones, P.; "Conjugated linoleic acid and obesity control: efficacy and mechanisms .International journal of obesity and related metabolic disorders" Journal of the international association for the study of obesity, 28(8), 941-955, 2004.

39 - Geay, Y.; Bauchart, D.; Culioli, J.; "Effects of nutritional factors on biochemical, structural and metabolic characteristics of muscles in ruminants, consequences on dietetic value sensorial qualities of meat. Reproduction." Nutrition Development, 41 (1), 1-26, 2001.

40 - O'Shea, M.; Bassanganya-Riera, J.; Mohede, I.; "Immunomodulatory properties of conjugated linoleic acid ", American Society for clinical nutrition, 79, 1199S-206S, 2004.

41 – D.A. Skoog; F. J. Holler; T.A. Nieman, "Princípios de Análise Instrumental", Bookman, São Paulo, 2002

42 - AOAC 996.06 de 2000 – Fat (Total, Saturated and Monounsaturated) in Foods Hydrolytic Extraction Gas Chromatographic Method

I- <http://portugal.silliker.com> acedido a 28 de Setembro de 2011

II- http://who.int/nutrition/publications/pressrelease32_pt.pdf, acedido a 30 de Outubro de 2011

III- www.ine.pt, acedido a 16 de Agosto de 2011

IV- [http:// upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/4/42/](http://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/4/42/) acedido a 8 de Setembro de 2011

V- www.ess.ips.pt/escola/Bioquimica/8CLE/GRUPO6/6.1.2.pdf acedido a 7 de Julho de 2009.

Anexo A – Mistura de Padrões (C37)

1. Certificado de análise

De seguida será apresentado o certificado de análise relativo à mistura de 37 ésteres metílicos (C37).

Supelco™ 37 Component FAME Mix Catalog No. 47885-U

This fatty acid methyl ester (FAME) mixture is carefully prepared by weight. The weight percentage of each component is indicated. Each ampule contains 10mg/mL of the FAME reference standard mix in methylene chloride.

Column: SP™-2560, 100m x 0.25mm ID, 0.20µm film
Cat. No.: 24056
Oven: 140°C (5 min) to 240°C at 4°C/min
Carrier: helium, 20cm/sec
Det.: FID, 260°C
Inj.: 1µL, 260°C, split 100:1

Component	Weight %
1. Butyric Acid Methyl Ester (C4:0)	4%
2. Caproic Acid Methyl Ester (C6:0)	4%
3. Caprylic Acid Methyl Ester (C8:0)	4%
4. Capric Acid Methyl Ester (C10:0)	4%
5. Undecanoic Acid Methyl Ester (C11:0)	2%
6. Lauric Acid Methyl Ester (C12:0)	4%
7. Tridecanoic Acid Methyl Ester (C13:0)	2%
8. Myristic Acid Methyl Ester (C14:0)	4%
9. Myristoleic Acid Methyl Ester (C14:1)	2%
10. Pentadecanoic Acid Methyl Ester (C15:0)	2%
11. cis-10-Pentadecenoic Acid Methyl Ester (C15:1)	2%
12. Palmitic Acid Methyl Ester (C16:0)	6%
13. Palmitoleic Acid Methyl Ester (C16:1)	2%
14. Heptadecanoic Acid Methyl Ester (C17:0)	2%
15. cis-10-Heptadecenoic Acid Methyl Ester (C17:1)	2%
16. Stearic Acid Methyl Ester (C18:0)	4%
17. Elaidic Acid Methyl Ester (C18:1n9t)	2%
18. Oleic Acid Methyl Ester (C18:1n9c)	4%
19. Linoleic Acid Methyl Ester (C18:2n6t)	2%
20. Linoleic Acid Methyl Ester (C18:2n6c)	2%
21. Arachidic Acid Methyl Ester (C20:0)	4%
22. γ-Linolenic Acid Methyl Ester (C18:3n6)	2%
23. cis-11-Eicosenoic Acid Methyl Ester (C20:1)	2%
24. Linolenic Acid Methyl Ester (C18:3n3)	2%
25. Heneicosanoic Acid Methyl Ester (C21:0)	2%
26. cis-11,14-Eicosadienoic Acid Methyl Ester (C20:2)	2%
27. Behenic Acid Methyl Ester (C22:0)	4%
28. cis-8,11,14-Eicosatrienoic Acid Methyl Ester (C20:3n6)	2%
29. Erucic Acid Methyl Ester (C22:1n9)	2%
30. cis-11,14,17-Eicosatrienoic Acid Methyl Ester (C20:3n3)	2%
31. Arachidonic Acid Methyl Ester (C20:4n6)	2%
32. Tricosanoic Acid Methyl Ester (C23:0)	2%
33. cis-13,16-Docosadienoic Acid Methyl Ester (C22:2)	2%
34. Lignoceric Acid Methyl Ester (C24:0)	4%
35. cis-5,8,11,14,17-Eicosapentaenoic Acid Methyl Ester (C20:5n3)	2%
36. Nervonic Acid Methyl Ester (C24:1)	2%
37. cis-4,7,10,13,16,19-Docosahexaenoic Acid Methyl Ester (C22:6n3)	2%

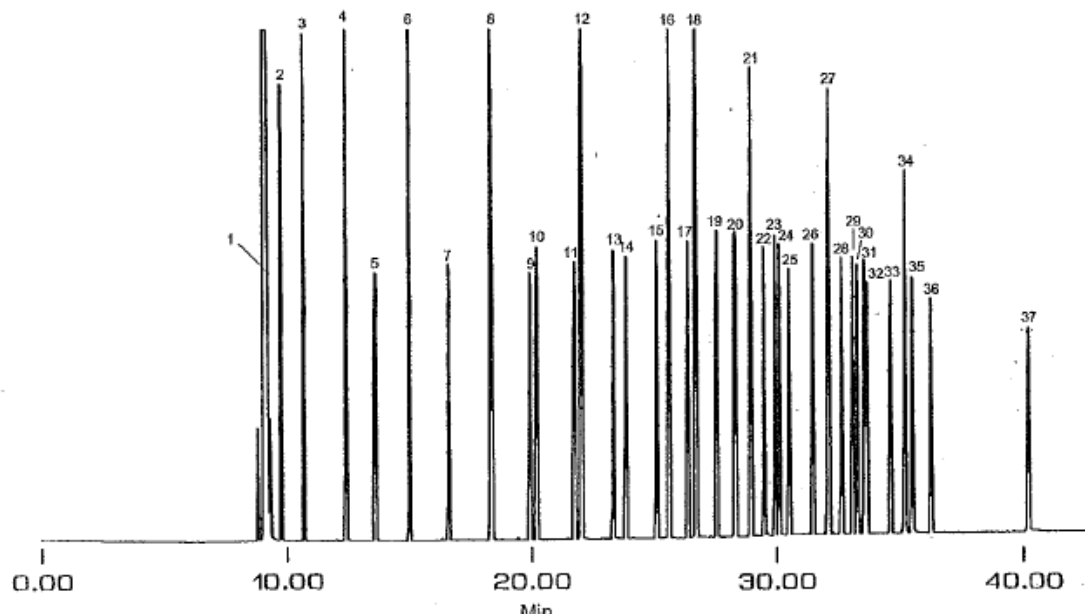


Figura 24 – Certificado de análise da mistura de padrões.

2. Cálculo dos factores de resposta

Tabela 15 - Resultados essenciais para o cálculo do factor de resposta Ri.

Ácidos Gordos	Área (%)	Área corrigida (%)	% massa na mistura	Ki	Ri
C4:0	3,2111	3,2234	4,0000	0,8059	0,6801
C6:0	3,9065	3,9215	4,0000	0,9804	0,8274
C8:0	4,4013	4,4182	4,0000	1,1046	0,9322
C10:0	4,6723	4,6902	4,0000	1,1726	0,9896
C11:0	2,3619	2,3710	2,0000	1,1855	1,0005
C12:0	4,7452	4,7634	4,0000	1,1909	1,0050
C13:0	2,3608	2,3698	2,0000	1,1849	1,0000
C14:0	4,6628	4,6807	4,0000	1,1702	0,9876
C14:1	2,2875	2,2963	2,0000	1,1481	0,9690
C15:0	2,2679	2,2766	2,0000	1,1383	0,9607
C15:1	2,2474	2,2560	2,0000	1,1280	0,9520
C16:0	6,6441	6,6696	6,0000	1,1116	0,9381
C16:1	2,0244	2,0322	2,0000	1,0161	0,8575
C17:0	2,0700	2,0780	2,0000	1,0390	0,8768
C17:1	2,1096	2,1177	2,0000	1,0589	0,8936
C18:0	3,9816	3,9969	4,0000	0,9992	0,8433
C18:1n9t	1,9502	1,9577	2,0000	0,9788	0,8261
C18:1n9c	4,1938	4,2100	4,0000	1,0525	0,8882
C18:2n6t	1,9463	1,9538	2,0000	0,9769	0,8244
C18:2n6c	2,0722	2,0801	2,0000	1,0401	0,8777
C20:0	3,5899	3,6037	4,0000	0,9009	0,7603
C18:3n6	2,0320	2,0398	2,0000	1,0199	0,8607
C20:1	1,7574	1,7641	2,0000	0,8821	0,7444
C18:3n3	2,0146	2,0223	2,0000	1,0112	0,8533
C21:0	1,7199	1,7265	2,0000	0,8633	0,7285
C20:2	1,8048	1,8117	2,0000	0,9059	0,7645
C22:0	3,3380	3,3509	4,0000	0,8377	0,7070
C20:3n6	1,8108	1,8178	2,0000	0,9089	0,7670
C22:1n9	1,6527	1,6591	2,0000	0,8295	0,7001
C20:3n3	1,5904	1,5965	2,0000	0,7982	0,6737
C20:4n6	1,7973	1,8042	2,0000	0,9021	0,7613
C23:0	1,5351	1,5410	2,0000	0,7705	0,6502
C22:2	1,6446	1,6510	2,0000	0,8255	0,6967
C24:0	3,1694	3,1816	4,0000	0,7954	0,6713
C20:5	1,7693	1,7761	2,0000	0,8880	0,7495
C24:1	1,5829	1,5890	2,0000	0,7945	0,6705
C22:6n3	1,2023	1,2069	2,0000	0,6035	0,5093
Σ	99,62	100,00	100,00		

Ki: relação entre a % de área corrigida e a respectiva % em massa da mistura;

Ri: Factor de resposta individual.

Exemplo de cálculo para o ácido gordo C4:0

$$\% \text{ corrigida} = \frac{\% \text{ Área } C4:0}{\Sigma \text{ Área}} \times 100 = \frac{3,2111}{99,62} \times 100 = 3,2234$$

$$Ki = \frac{\% \text{ corrigida}}{\% \text{ massa mistura}} = \frac{3,2234}{4} = 0,8059$$

$$Ri = \frac{Ki (C4:0)}{Ki (C13:0)} = \frac{0,8059}{1,1849} = 0,6801$$

Anexo B

1. Massas das amostras usadas na validação do método

1.1. Patê à Tartinier

Tabela 16 – Massas das amostras utilizadas para a validação do Patê à Tartinier.

Amostra	Massa (g)
A	0,5149
B	0,6264
C	0,5491
D	0,5511
E	0,5939
F	0,6191
G	0,6085
H	0,5830
I	0,5885
J	0,5598
K	0,6207
L	0,5632

1.2. Mélange Nutritif

Tabela 17 - Massas das amostras utilizadas para a validação do Mélange Nutritif.

Amostra	Massa (g)
A	4,7611
B	4,3886
C	4,9015
D	4,4285
E	4,3326
F	4,5648
G	4,5943
H	4,1259
I	4,3281
J	4,3525
K	4,8594
L	4,2220

1.3. Plat cuisiné à base de viande

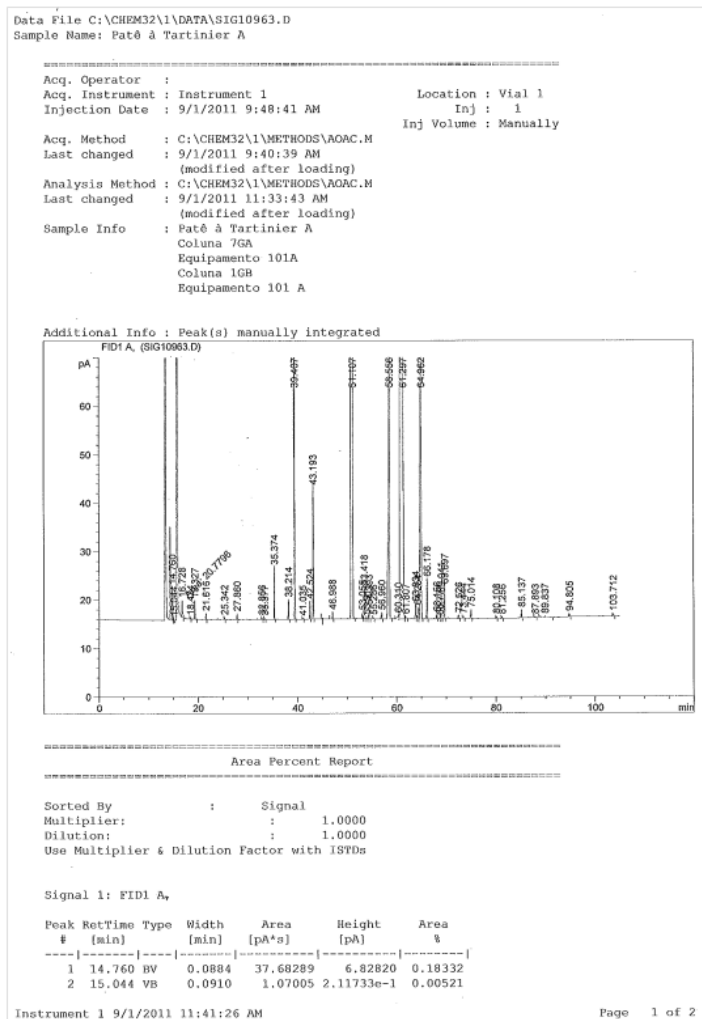
Tabela 18 - Massas das amostras utilizadas para a validação do Plat cuisiné.

Amostra	Massa (g)
A	5,9598
B	5,5922
C	5,5909
D	5,6168
E	5,0778
F	5,4567
G	5,9476
H	5,5919
I	5,7638
J	5,6410
K	5,2637
L	5,8487

Anexo C – Patê à Tartinier

Relativamente a esta matriz será apresentado um cromatograma (figura 25) com uma tabela associada onde constam todos os resultados calculados (tabela 26). Posteriormente é apresentado um exemplo de cálculo.

1. Cromatograma:



Data File C:\CHEM32\1\DATA\SIG10963.D
Sample Name: Patê à Tartinier A

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
3	16.728	MM	0.0984	20.77962	3.51972	0.10109
4	18.424	BB	0.0805	1.33827	2.76208e-1	0.00651
5	19.327	BB	0.1023	25.78070	3.84028	0.12542
6	21.616	BB	0.0819	6.10961	1.23201	0.02972
7	25.342	BB	0.0916	2.29964	3.96765e-1	0.01119
8	27.860	BB	0.0897	6.55975	1.16523	0.03191
9	32.856	BB	0.1163	2.61008	3.61012e-1	0.01270
10	33.377	BB	0.1202	2.17576	2.87646e-1	0.01058
11	35.374	BB	0.0862	56.85973	10.66265	0.27661
12	38.214	BB	0.1117	27.45164	4.01658	0.13355
13	39.407	BB	0.1286	1461.25330	176.45178	7.10876
14	41.035	BB	0.1252	1.77203	2.21733e-1	0.00862
15	42.524	BB	0.1008	23.93545	3.63512	0.11644
16	43.193	BB	0.0896	152.72656	27.18179	0.74299
17	46.988	BB	0.1033	8.58617	1.40527	0.04177
18	51.107	BB	0.2281	5203.98975	309.66901	25.31658
19	53.055	BB	0.0909	6.96421	1.21379	0.03388
20	53.418	BB	0.1003	37.57809	6.41429	0.18281
21	53.915	BB	0.1033	2.25688	3.69417e-1	0.01098
22	54.393	BB	0.1224	18.36588	2.37072	0.08935
23	55.286	BB	0.1143	2.04449	2.89981e-1	0.00995
24	56.960	BB	0.1106	8.51877	1.26456	0.04144
25	58.556	BB	0.2098	839.54138	55.07884	4.08423
26	60.310	BV	0.3173	17.75682	7.26185e-1	0.08638
27	61.297	VV	0.3343	1.01158e4	401.05762	49.21185
28	61.807	VB	0.1404	4.58350	4.93106e-1	0.02230
29	63.834	BV	0.1254	24.88364	3.10727	0.12105
30	64.254	VV	0.1543	22.80543	2.32736	0.11094
31	64.962	VB	0.1673	2202.28076	189.84949	10.71374
32	66.178	BB	0.1148	58.31823	8.21748	0.28371
33	68.156	BB	0.1205	7.25667	9.56737e-1	0.03530
34	68.777	BV	0.1177	1.79915	2.45014e-1	0.00875
35	69.041	VB	0.1220	37.62524	4.87580	0.18304
36	69.697	BB	0.1138	46.48460	6.62865	0.22614
37	72.526	BB	0.1250	5.82646	7.30538e-1	0.02834
38	73.444	BB	0.1812	5.17184	4.52835e-1	0.02516
39	75.014	BB	0.1200	13.08549	1.73572	0.06366
40	80.108	BB	0.1285	3.40604	4.11631e-1	0.01657
41	81.256	BB	0.1392	2.58887	2.81838e-1	0.01259
42	85.137	BB	0.1161	11.92726	1.65415	0.05802
43	87.893	BB	0.1373	1.06045	1.38512e-1	0.00516
44	89.837	BB	0.2019	2.78738	1.91437e-1	0.01356
45	94.805	BB	0.1394	5.42239	5.89132e-1	0.02638
46	103.712	BB	0.2092	6.51854	4.96569e-1	0.03171

Totals : 2.05557e4 1243.53142

*** End of Report ***

Figura 25 – Cromatograma relativo à amostra Patê à Tartinier A.

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

Tabela 19 - Resultados calculados para posterior cálculo dos ácidos gordos saturados, monoinsaturados, polinsaturados e da matéria gorda da matriz "Patê à Tartinier A".

Patê à Tartinier A	Área (%)	Área corrigida (%)	Ri	WFAMEi	ftGi	WTGi	fAGi	WAGi	Grupo
C4:0	0,0000	0,000	0,6801	0,0000	0,9868	0,0000	0,8627	0,0000	S
C6:0	0,0000	0,000	0,8274	0,0000	0,9897	0,0000	0,8923	0,0000	S
C8:0	0,0000	0,000	0,9322	0,0000	0,9915	0,0000	0,9029	0,0000	S
C10:0	0,0000	0,000	0,9896	0,0000	0,9928	0,0000	0,9114	0,0000	S
C11:0	0,0000	0,000	1,0005	0,0000	0,9933	0,0000	0,9247	0,0000	S
C12:0	0,2766	0,301	1,0050	0,4664	0,9937	0,4634	0,93	0,4337	S
C13:0	7,1088		1,0000	12,0459		0,0000		0,0000	S
C14:0	0,7430	0,809	0,9876	1,2749	0,9945	1,2679	0,9421	1,2011	S
C14:1	0,0000	0,000	0,9690	0,0000	0,9944	0,0000	0,9417	0,0000	M
C15:0	0,0000	0,000	0,9607	0,0000	0,9948	0,0000	0,9453	0,0000	S
C15:1	0,0000	0,000	0,9520	0,0000	0,9947	0,0000	0,9449	0,0000	M
C16:0	25,3166	27,576	0,9381	45,7287	0,995	45,5001	0,9481	43,3554	S
C16:1	0,2167	0,236	0,8575	0,4282	0,995	0,4261	0,9477	0,4058	M
C17:0	0,0894	0,097	0,8768	0,1728	0,9953	0,1720	0,9507	0,1642	S
C17:1	0,0000	0,000	0,8936	0,0000	0,9952	0,0000	0,9503	0,0000	M
C18:0	4,0842	4,449	0,8433	8,2068	0,9955	8,1699	0,953	7,8211	S
C18:1n9t	0,0864	0,094	0,8261	0,1772	0,9955	0,1764	0,9527	0,1688	T
C18:1n9c	49,2342	53,628	0,8882	93,9251	0,9955	93,5024	0,9527	89,4824	M
C18:2n6t	0,2320	0,253	0,8244	0,4768	0,9954	0,4747	0,9524	0,4541	T
C18:2n6c	10,7137	11,670	0,8777	20,6830	0,9954	20,5878	0,9524	19,6985	P
C20:0	0,2837	0,309	0,7603	0,6323	0,9959	0,6297	0,957	0,6051	S
C18:3n6	0,0000	0,000	0,8607	0,0000	0,9954	0,0000	0,952	0,0000	P
C20:1	0,1830	0,199	0,7444	0,4166	0,9961	0,4149	0,9568	0,3986	M
C18:3n3	0,2261	0,246	0,8533	0,4490	0,9954	0,4469	0,952	0,4274	P
C21:0	0,0000	0,000	0,7285	0,0000	0,9961	0,0000	0,9588	0,0000	S
C20:2	0,0000	0,000	0,7645	0,0000	0,9958	0,0000	0,9565	0,0000	P
C22:0	0,0637	0,069	0,7070	0,1527	0,9962	0,1521	0,9565	0,1460	S
C20:3n6	0,0000	0,000	0,7670	0,0000	0,9958	0,0000	0,9562	0,0000	P
C22:1n9	0,0000	0,000	0,7001	0,0000	0,9962	0,0000	0,9602	0,0000	M
C20:3n3	0,0000	0,000	0,6737	0,0000	0,9958	0,0000	0,9562	0,0000	P
C20:4n6	0,0000	0,000	0,7613	0,0000	0,9958	0,0000	0,956	0,0000	P
C23:0	0,0000	0,000	0,6502	0,0000	0,9964	0,0000	0,962	0,0000	S
C22:2	0,0000	0,000	0,6967	0,0000	0,9962	0,0000	0,96	0,0000	P
C24:0	0,0580	0,063	0,6713	0,1464	0,9965	0,1459	0,9963	0,1459	S
C20:5	0,0000	0,000	0,7495	0,0000	0,9958	0,0000	0,9557	0,0000	P
C24:1	0,0000	0,000	0,6705	0,0000	0,9965	0,0000	0,9632	0,0000	M
C22:6n3	0,0000	0,000	0,5093	0,0000	0,9961	0,0000	0,959	0,0000	P
Σ	91,8073	100,000				172,5301			

Ácidos Gordos: S – Saturados; M – Monoinsaturados; P – Polinsaturados; T – *trans*; Ri: Factor de resposta individual; WFAMEi: quantidade de cada FAME na amostra; ftGi: factor de conversão individual de um FAME para um triglicérido; WTGi: quantidade de cada triglicérido na amostra; fAGi: factor de conversão individual de um FAME para o ácido gordo correspondente; WAGi: quantidade de cada ácido gordo.

1.1. Exemplo de cálculo para o C12:0

$$WFAME_i = \frac{\text{Área } (\%)(C12:0) \times m \text{ (mg)}}{\text{Área } (\%)(C13:0) \times Ri(C12:0)} = \frac{FAME(C13:0)}{7,1088 \times 1,0050} = \frac{0,2766 \times 12,0459}{7,1088 \times 1,0050} = 0,4664$$

$$m \text{ (mg) } FAME(C13:0) = \text{mg / mL triglicérido C13:0} \times V_{\text{medido}} \text{ (mL)} \times \frac{M \text{ (FAME C13:0)}}{M \text{ (triglicérido C13:0)}}$$

$$m \text{ (mg) } FAME(C13:0) = \text{mg / mL triglicérido C13:0} \times 2 \text{ mL} \times \frac{3 \times 228,37}{681,08}$$

$$m \text{ (mg) } FAME(C13:0) = \text{mg / mL triglicérido C13:0} \times 2,0118$$

$$m \text{ (mg) } FAME(C13:0) = 5,98752 \times 2,0118 = 12,0457 \text{ mg } FAME(C13:0)$$

$$\left. \begin{array}{l} m(C13:0) = 302,4 \text{ mg} \\ V = 50,00 \text{ mL} \\ \% \text{ pureza} = 0,99 \end{array} \right\} \text{mg / mL triglicérido C13:0} = \frac{m(C13:0)}{V} \times \% \text{ pureza} = \frac{302,4}{50,00} \times 0,99 \Leftrightarrow$$

$$\Leftrightarrow \text{mg / mL triglicérido C13:0} = 5,98752 \text{ mg / mL triglicérido C13:0}$$

Na qual a concentração em mg/mL triglicérido C13:0 é obtida pela preparação da solução 2.2.4.4.

$$WTG_i = WFAME_i \times fTG_i = 0,4664 \times 0,9937 = 0,4634$$

$$\% M.G. = \frac{\Sigma WTG_i \times 100}{m_{\text{amostra}} \text{ (g)} \times 1000} = \frac{172,5301 \times 100}{0,5149 \times 1000} = 33,51 \text{ g / 100 g}$$

$$WAG_i = WFAME_i \times fAG_i = 0,4664 \times 0,9300 = 0,4337$$

$$\Sigma WAG_i S = 53,8725$$

$$\Sigma WAG_i M = 90,2868$$

$$\Sigma WAG_i P = 20,1259$$

$$\Sigma WAG_i T = 0,6230$$

$$\% A.G. Saturados = \frac{\Sigma WAG_i S \times 100}{m_{\text{amostra}} \text{ (g)} \times 1000} = \frac{53,8725 \times 100}{0,5149 \times 1000} = 10,46 \text{ g / 100 g}$$

$$\% A.G. Monoinsaturados = \frac{\Sigma WAG_i M \times 100}{m_{\text{amostra}} \text{ (g)} \times 1000} = \frac{90,2868 \times 100}{0,5149 \times 1000} = 17,53 \text{ g / 100 g}$$

$$\% A.G. Polinsaturados = \frac{\Sigma WAG_i P \times 100}{m_{\text{amostra}} \text{ (g)} \times 1000} = \frac{20,1259 \times 100}{0,5149 \times 1000} = 3,91 \text{ g / 100 g}$$

$$\% A.G. Trans = \frac{\Sigma WAG_i T \times 100}{m_{\text{amostra}} \text{ (g)} \times 1000} = \frac{0,6230 \times 100}{0,5149 \times 1000} = 0,12 \text{ g / 100 g}$$

$$\Sigma A.G. \text{ totais} = \Sigma A.G. \text{ Saturados} + \Sigma A.G. \text{ Monoinsaturados} + \Sigma A.G. \text{ Polinsaturados} + \Sigma A.G. \text{ trans}$$

$$\Sigma A.G. \text{ totais} = 10,46 + 17,53 + 3,91 + 0,12 = 32,03 \text{ g / 100 g}$$

$$\% \text{ insaponificável} = \% M.G. - \Sigma A.G. \text{ totais} = 33,51 - 32,03 = 1,48 \text{ g / 100 g}$$

2. Relatório do material certificado

MATERIAL DE REFERÊNCIA CERTIFICADO: _____

ANO-MÊS: 2010-08

CIRCUITO INTERLABORATORIAL: BIPEA - Produtos dietéticos - Pâte à tartiner - 2010/028167

Ensaio	Método	Valor obtido	Valor de referência	U _{ref}	Valor máximo admissível	Valor mínimo admissível	N.º participantes	Desvio	Z-score	Erro Relativo	Avaliação	Analista	N.º NC
C04:0 (%) - Ác. Butírico	NP EN ISO 5508	0,1	0,0	0,0	0,5	0,0	22	0,0	---		Aceitável	Laura Sousa	
C06:0 (%) - Ác. N-hexanóico	NP EN ISO 5508	0,1	0,0	0,0	0,5	0,0	24	0,0	---		Aceitável	Laura Sousa	
C08:0 (%) - Ác. N-octanóico	NP EN ISO 5508	0,1	0,0	0,0	0,5	0,0	23	0,0	---		Aceitável	Laura Sousa	
C10:0 (%) - Ác. N-decanóico	NP EN ISO 5508	0,1	0,0	0,0	0,5	0,0	23	0,0	---		Aceitável	Laura Sousa	
C11:0 (%) - Ác. Undecanóico	NP EN ISO 5508												
C12:0 (%) - Ác. Láurico	NP EN ISO 5508	0,4	0,3	0,0	0,8	0,0	24	0,0	---		Aceitável	Laura Sousa	
C14:0 (%) - Ác. Mirístico	NP EN ISO 5508	1,0	0,8	0,0	1,3	0,3	24	0,0	---		Aceitável	Laura Sousa	
C14:1 (%) - Ác. Miristoleico	NP EN ISO 5508	0,1	0,0	0,0	0,5	0,0	22	0,0	---		Aceitável	Laura Sousa	
C15:0iso (%) - Ác. 13-metilmirístico	NP EN ISO 5508	0,1	0,0	0,0	0,5	0,0	13	0,0	---		Aceitável	Laura Sousa	
C15:0aizo (%) - Ác. 12-metilmirístico	NP EN ISO 5508	0,1	0,0	0,0	0,5	0,0	13	0,0	---		Aceitável	Laura Sousa	
C15:0 (%) - Ác. Pentadecanóico	NP EN ISO 5508	0,1	0,0	0,0	0,5	0,0	23	0,0	---		Aceitável	Laura Sousa	
C16:0 (%) - Ác. Palmítico	NP EN ISO 5508	27,0	27,2	0,2	29,4	25,0	24	0,7	-0,29		Aceitável	Laura Sousa	
C16:1 (%) - Ác. Palmitoleico	NP EN ISO 5508	0,6	0,2	0,0	0,7	0,0	24	0,0	---		Aceitável	Laura Sousa	
C17:0iso (%) - Ác. 15-metilpalmítico	NP EN ISO 5508	0,1	0,0	0,0	0,5	0,0	15	0,0	---		Aceitável	Laura Sousa	
C17:0aizo (%) - Ác. 14-metilpalmítico	NP EN ISO 5508												
C17:0 (%) - Ác. N-Heptadecanóico	NP EN ISO 5508	0,1	0,1	0,0	0,6	0,0	23	0,0	---		Aceitável	Laura Sousa	
C17:1 (%) - Ác. 9-Heptadecenóico	NP EN ISO 5508	0,1	0,0	0,0	0,5	0,0	20	0,0	---		Aceitável	Laura Sousa	
C18:0 (%) - Ác. Estearíco	NP EN ISO 5508	4,8	4,4	0,0	4,9	3,9	24	0,1	4,00		Aceitável	Laura Sousa	
C18:1 (%) - Ác. Oleico	NP EN ISO 5508	53,7	54,4	0,1	57,9	50,9	24	0,3	-2,33		Aceitável	Laura Sousa	
C18:2 (%) - Ác. Linoleico	NP EN ISO 5508	11,6	11,7	0,1	12,6	10,8	24	0,2	-0,50		Aceitável	Laura Sousa	
C18:3 (%) - Ác. Linolénico	NP EN ISO 5508	0,2	0,2	0,0	0,7	0,0	23	0,0	---		Aceitável	Laura Sousa	
C18:4 (%) - Ác. Octadecatetraenóico	NP EN ISO 5508	0,1	0,0	0,0	0,5	0,0	14	0,0	---		Aceitável	Laura Sousa	
C20:0 (%) - Ác. Araquídico	NP EN ISO 5508	0,3	0,3	0,0	0,8	0,0	24	0,0	---		Aceitável	Laura Sousa	
C20:1 (%) - Ác. 9-Eicosenóico	NP EN ISO 5508	0,2	0,2	0,0	0,7	0,0	23	0,0	---		Aceitável	Laura Sousa	

Observações/notas: O limite de deteção de C4:0, C6:0, C8:0, C10:0, C14:1, C15:0ISO, C15:0AISO, C17:0ISO e C18:4 é <0,1%. Por motivos estatísticos consideramos os nossos valores iguais aos valores alvo.

Anexo D – Mélange Nutritif

Para esta matriz serão apresentados apenas dois cromatogramas (figuras 28 e 29) e as respectivas tabelas (26 e 27) com os cálculos efectuados (12 cromatogramas e doze tabelas tornaria este capítulo muito extenso), uma vez que todas as outras injeções e tabelas efectuadas seguem os mesmos padrões.

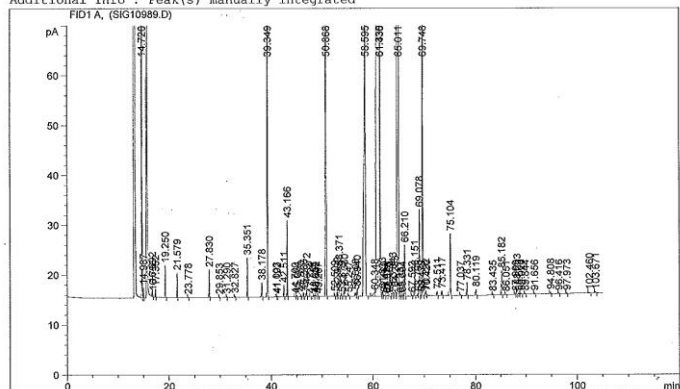
1. Cromatogramas

Data File C:\CHEM32\1\DATA\SIG10989.D
Sample Name: Mélange Nutritif C

```
=====
Acq. Operator   :
Acq. Instrument : Instrument 1          Location : Vial 1
Injection Date  : 9/8/2011 1:57:12 PM Inj       : 1
                                           Inj Volume : Manually

Acq. Method    : C:\CHEM32\1\METHODS\AOAC.M
Last changed   : 9/8/2011 1:51:05 PM
                (modified after loading)
Analysis Method : C:\CHEM32\1\METHODS\AOAC.M
Last changed   : 9/8/2011 3:42:15 PM
                (modified after loading)
Sample Info    : Mélange Nutritif C
                Coluna 7GA
                Equipamento 101A
                Coluna 1GB
                Equipamento 101 A
=====
```

Additional Info : Peak(s) manually integrated



Area Percent Report

```
Sorted By      : Signal
Multiplier:    : 1.0000
Dilution:      : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
```

Signal 1: FID1 A,

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	14.720	BV	0.0755	484.76129	101.91595	2.58823
2	14.987	VB	0.0714	9.583372	2.09555	0.05117

Instrument 1 9/8/2011 3:43:58 PM

Page 1 of 3

Data File C:\CHEM32\1\DATA\SIG10989.D
Sample Name: Mélange Nutritif C

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
3	16.692	BV	0.0770	10.69451	2.18954	0.05710
4	16.796	VB	0.0625	2.85108	6.86238e-1	0.01522
5	17.362	BB	0.0693	7.38946	1.67983	0.03945
6	19.250	BB	0.0887	36.64061	6.41359	0.19563
7	21.579	BB	0.0762	23.81997	4.94628	0.12718
8	23.778	BB	0.0734	6.54764e-1	1.20519e-1	0.00350
9	27.830	BB	0.0813	29.19296	5.55252	0.15587
10	29.853	BB	0.0882	6.87492e-1	1.14225e-1	0.00367
11	31.290	BV	0.0792	1.32218	2.44020e-1	0.00706
12	32.827	BB	0.1078	2.21404	3.08093e-1	0.01182
13	35.351	BB	0.0829	41.12445	7.87933	0.21957
14	38.178	VB	0.1058	19.21888	2.88379	0.10261
15	39.349	BB	0.1005	784.01331	119.50731	4.18600
16	41.003	VB	0.1021	1.53473	2.18087e-1	0.00819
17	41.192	VB	0.0861	8.11242e-1	1.27746e-1	0.00433
18	42.511	BB	0.1000	14.80684	2.33422	0.07906
19	43.166	BB	0.0818	81.06454	15.30330	0.43282
20	44.700	BB	0.0859	7.76137e-1	1.22527e-1	0.00414
21	45.054	BB	0.0932	1.65354	2.63597e-1	0.00883
22	45.820	BB	0.0928	3.00328	4.95213e-1	0.01604
23	46.386	BB	0.0853	4.22387	7.54800e-1	0.02255
24	46.972	BB	0.0837	10.77621	1.97226	0.05754
25	47.724	BB	0.1159	1.03469	1.13995e-1	0.00552
26	48.387	BB	0.0861	1.57236	2.85960e-1	0.00840
27	48.680	BV	0.0742	9.86796e-1	1.84968e-1	0.00527
28	48.832	VB	0.0816	1.38606	2.54140e-1	0.00740
29	49.267	BB	0.0861	6.71993e-1	1.05769e-1	0.00359
30	50.868	BB	0.1311	1243.25903	135.49124	6.63800
31	52.509	VB	0.0983	2.74779	4.20029e-1	0.01467
32	52.999	BV	0.0869	6.12134	1.10083	0.03268
33	53.371	VB	0.0926	33.98977	5.61779	0.18148
34	53.879	BB	0.0887	1.54902	2.70857e-1	0.00827
35	54.380	BB	0.1362	16.45411	1.74181	0.08785
36	55.247	BB	0.1032	1.79975	2.52503e-1	0.00961
37	56.608	BB	0.1124	5.40015	7.46340e-1	0.02883
38	56.940	BB	0.1065	10.30968	1.49467	0.05505
39	58.595	BB	0.2145	1091.93445	66.18269	5.83005
40	60.348	BV	0.2893	17.48491	7.30267e-1	0.09336
41	61.330	VV	0.3006	1.05112e4	427.85394	56.12124
42	61.435	VV	0.0651	216.75847	51.55166	1.15732
43	61.833	VV	0.1349	9.01915	1.04325	0.04815
44	62.180	VB	0.1651	3.35532	2.46106e-1	0.01791
45	62.624	BV	0.1108	8.99190e-1	1.06135e-1	0.00480
46	62.876	VV	0.0967	8.94327e-1	1.15072e-1	0.00477
47	63.180	VB	0.1454	3.23851	2.75060e-1	0.01729
48	63.843	BV	0.1447	19.74102	2.08082	0.10540
49	64.283	VV	0.1810	17.49196	1.38822	0.09330
50	65.011	VV	0.1783	2965.57031	227.19208	15.83376
51	65.337	VV	0.1184	1.43278	1.57062e-1	0.00765
52	65.694	VV	0.1216	2.09436	2.61000e-1	0.01118
53	66.210	VB	0.1116	73.36758	10.23273	0.39172
54	67.592	BB	0.1109	1.88153	2.41577e-1	0.01005
55	68.151	BB	0.1114	31.66457	4.43125	0.16906
56	68.795	VB	0.1060	3.43058	4.76420e-1	0.01832
57	69.078	VV	0.1125	131.32646	17.30615	0.70118
58	69.479	VV	0.0929	2.18945	3.60090e-1	0.01169
59	69.748	VB	0.1128	496.43729	65.24415	2.65057
60	70.292	VB	0.1241	5.66052	6.47111e-1	0.03022
61	70.420	VB	0.0801	1.76579	3.31470e-1	0.00943
62	72.511	BB	0.1258	6.36846	7.75788e-1	0.03400

Instrument 1 9/8/2011 3:43:58 PM

Page 2 of 3

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

Data File C:\CHEM32\1\DATA\SIG10989.D
 Sample Name: Mélange Nutritif C

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
63	73.417	BB	0.1269	7.78399	9.37125e-1	0.04156
64	75.104	BB	0.1293	105.51865	12.39434	0.56338 C22:0
65	77.037	BB	0.1090	1.35020	1.69400e-1	0.00721
66	78.331	BB	0.1274	20.99867	2.62375	0.11212 C22:1
67	80.119	BB	0.1314	11.07778	1.22598	0.05915 C23:0
68	83.435	BB	0.0982	1.48697	2.16337e-1	0.00794
69	85.182	BB	0.1143	37.04752	4.89595	0.19780 C24:0
70	86.051	BB	0.1257	9.23961e-1	1.05988e-1	0.00493
71	87.909	BV	0.1417	1.54679	1.41357e-1	0.00826
72	88.203	VB	0.1104	10.14038	1.40220	0.05414 C24:1
73	88.608	BB	0.1169	1.42851	1.50274e-1	0.00763
74	89.020	BB	0.1570	2.58709	2.02561e-1	0.01381
75	89.844	BB	0.0981	9.77921e-1	1.49957e-1	0.00522
76	91.656	BB	0.1189	1.79964	2.00132e-1	0.00961
77	94.808	BB	0.1184	2.82659	3.42074e-1	0.01509
78	96.416	BB	0.1093	1.41692	1.60099e-1	0.00757
79	97.973	BB	0.1423	1.44717	1.35793e-1	0.00773
80	102.460	BB	0.1543	1.31312	1.03295e-1	0.00701
81	103.671	BB	0.1746	2.45646	1.74070e-1	0.01312
Totals :				1.87294e4	1331.16921	

*** End of Report ***

Figura 27 - Cromatograma relativo à amostra Patê à Mélange Nutritif C.

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

Data File C:\CHEM32\1\DATA\SIG10993.D
 Sample Name: Mélange Nutritif F

```

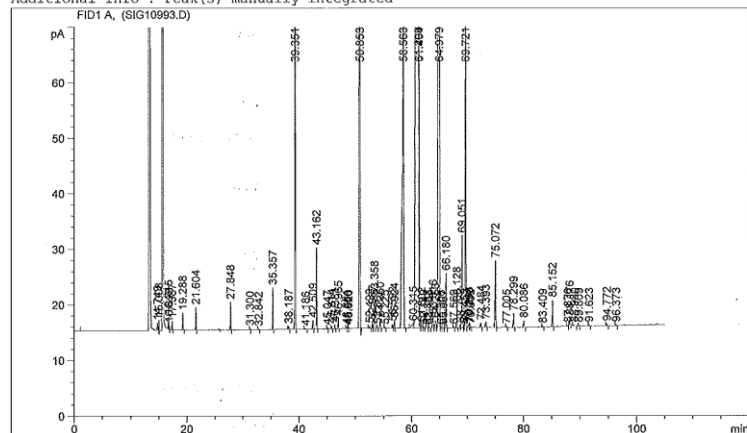
=====
Acq. Operator   :
Acq. Instrument : Instrument 1          Location : Vial 1
Injection Date  : 9/9/2011 11:48:24 AM Inj       : 1
                                           Inj Volume: Manually

Acq. Method     : C:\CHEM32\1\METHODS\AOAC.M
Last changed    : 9/9/2011 11:23:14 AM
                  (modified after loading)
Analysis Method : C:\CHEM32\1\METHODS\AOAC.M
Last changed    : 9/9/2011 1:33:27 PM
                  (modified after loading)
Sample Info     : Mélange Nutritif F
                  Coluna 7GA
                  Equipamento 101A
                  Coluna 1GB
                  Equipamento 101 A
    
```

Data File C:\CHEM32\1\DATA\SIG10993.D
 Sample Name: Mélange Nutritif F

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
3	16.715	BV	0.0770	10.40759	2.13185	0.05932
4	16.818	VB	0.0662	2.86924	6.67149e-1	0.01635
5	17.387	BB	0.0717	6.84131	1.54431	0.03900
6	19.288	BB	0.0902	17.85150	3.05378	0.10175
7	21.604	BB	0.0741	19.71235	4.10130	0.11236 C18:0
8	27.848	BB	0.0795	25.50665	5.00135	0.14539 C10:0
9	31.300	BV	0.0748	1.17177	2.24970e-1	0.00668
10	32.842	BB	0.0993	8.67502e-1	1.27606e-1	0.00494
11	35.357	BB	0.0824	38.96524	7.52758	0.22210 C12:0
12	38.187	VB	0.1048	3.76340	5.30463e-1	0.02145
13	39.351	BB	0.1027	791.80273	120.44787	4.51324 C13:0
14	41.186	BB	0.1569	1.49426	1.18710e-1	0.00852
15	42.509	BB	0.0980	9.89843	1.55994	0.05642
16	43.162	BB	0.0837	77.37237	14.63716	0.44102 C14:0
17	45.047	BB	0.0941	1.53485	2.48509e-1	0.00875
18	45.814	BB	0.0939	2.80154	4.67504e-1	0.01597
19	46.381	BB	0.0853	3.87485	7.14566e-1	0.02209
20	46.965	BB	0.0829	10.14229	1.88175	0.05781 C15:0
21	48.381	BB	0.0829	1.48350	2.75298e-1	0.00846
22	48.666	BV	0.0698	1.02699	1.87813e-1	0.00585
23	48.820	VB	0.0876	1.50111	2.59013e-1	0.00856
24	50.853	BB	0.1310	1190.91296	132.26959	6.78815 C16:0
25	52.493	BB	0.1089	2.77856	3.91074e-1	0.01584
26	52.987	BV	0.0911	5.84721	1.04717	0.03333 C16:1 0,2491
27	53.358	VB	0.0924	32.61130	5.40300	0.18588
28	53.867	BB	0.0863	1.37519	2.57723e-1	0.00784
29	54.360	BB	0.1119	12.07962	1.60409	0.06885 C17:0
30	55.225	BB	0.0879	1.24292	1.81469e-1	0.00708
31	56.592	BV	0.1088	5.20389	7.15776e-1	0.02966
32	56.924	VB	0.1016	9.06572	1.39898	0.05167
33	58.563	BB	0.2155	1041.51685	64.79816	5.93660 C18:0
34	60.315	BV	0.2912	18.24755	7.67889e-1	0.10401 C18:1 59,0845
35	61.299	VV	0.3002	1.01490e4	416.69614	57.84891 C19:0 59,0845
36	61.404	VB	0.0659	211.08046	49.31472	1.20315
37	61.802	BB	0.1503	6.21787	6.34609e-1	0.03544
38	62.149	BB	0.1281	1.93260	1.94258e-1	0.01102
39	62.863	BV	0.1071	9.70312e-1	1.11966e-1	0.00553
40	63.165	VB	0.0921	1.48094	2.10494e-1	0.00844
41	63.816	BV	0.1428	18.48657	2.01863	0.10537 C19:1 0,19719
42	64.253	VV	0.1757	16.10953	1.34554	0.09182
43	64.979	VV	0.1879	2841.03784	221.18793	16.19379 C19:2
44	65.306	VV	0.1285	1.32818	1.45553e-1	0.00757
45	65.667	VV	0.1315	1.39200	1.59929e-1	0.00793
46	66.180	VB	0.1134	70.61884	9.88265	0.40252 C20:0
47	67.569	BB	0.1058	1.56828	2.23618e-1	0.00894
48	68.128	BB	0.1114	30.55684	4.27608	0.17417
49	68.772	BV	0.1073	3.25387	4.55818e-1	0.01855
50	69.051	VB	0.1167	126.14834	16.59061	0.71904 C20:1
51	69.453	BV	0.0851	1.91871	3.43943e-1	0.01094
52	69.721	VB	0.1178	474.23999	62.98301	2.70315 C18:3
53	70.268	VB	0.1310	5.57244	5.96192e-1	0.03176
54	70.390	VV	0.0929	2.55483	4.08957e-1	0.01456
55	70.602	VB	0.1262	1.45848	1.63342e-1	0.00831
56	72.484	BB	0.1255	6.78492	8.46688e-1	0.03867
57	73.393	BB	0.1352	8.52882	9.83083e-1	0.04861
58	75.072	BB	0.1304	101.70117	12.05255	0.57969 C22:0
59	77.005	BB	0.1139	1.20838	1.68117e-1	0.00689
60	78.299	BB	0.1263	20.31633	2.56928	0.11580 C22:1
61	80.086	BB	0.1364	10.90693	1.21930	0.06217 C23:0
62	83.409	BB	0.1137	1.34521	1.92031e-1	0.00767

Additional Info : Peak(s) manually integrated
 FID1A, (SIG10993.D)



Area Percent Report

```

Sorted By      : Signal
Multiplier:    : 1.0000
Dilution:      : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
    
```

Signal 1: FID1 A,

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	14.749	BV	0.1007	9.62560	1.35727	0.05487
2	15.008	VB	0.0718	8.58206	1.86167	0.04892

Instrument 1 9/9/2011 1:34:18 PM

Page 1 of 3

Instrument 1 9/9/2011 1:34:18 PM

Page 2 of 3

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

Data File C:\CHEM32\1\DATA\SIG10993.D
Sample Name: Mélange Nutritif F

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
63	85.152	BB	0.1169	36.08618	4.84381	0.20569
64	87.876	BV	0.1154	1.07210	1.25861e-1	0.00611
65	88.176	VB	0.1197	10.48857	1.36392	0.05978
66	88.980	BB	0.1607	2.01702	1.80087e-1	0.01150
67	89.809	BB	0.1017	1.07070	1.64963e-1	0.00610
68	91.623	BB	0.1262	1.59248	1.85473e-1	0.00908
69	94.772	BB	0.1321	2.71483	3.22934e-1	0.01547
70	96.373	BB	0.1294	1.24579	1.37927e-1	0.00710

Totals : 1.75440e4 1191.06236

*** End of Report ***

Instrument 1 9/9/2011 1:34:18 PM

Page 3 of 3

Figura 28 - Cromatograma relativo à amostra Patê à Mélange Nutritif F.

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

Tabela 20 - Resultados calculados para posterior cálculo dos ácidos gordos saturados, monoinsaturados, polinsaturados e da matéria gorda da matriz "Mélange Nutritif C".

Mélange Nutritif C	Área (%)	Área corrigida (%)	Ri	WFAMEi	ftGi	WTGi	fAGi	WAGi	Grupo
C4:0	0,0000	0,000	0,680	0,0000	0,9868	0,0000	0,8627	0,0000	S
C6:0	0,0000	0,000	0,827	0,0000	0,9897	0,0000	0,8923	0,0000	S
C8:0	0,1272	0,138	0,932	0,3926	0,9915	0,3893	0,9029	0,3545	S
C10:0	0,1559	0,170	0,990	0,4533	0,9928	0,4500	0,9114	0,4131	S
C11:0	0,0000	0,000	1,000	0,0000	0,9933	0,0000	0,9247	0,0000	S
C12:0	0,2196	0,239	1,005	0,6287	0,9937	0,6247	0,93	0,5847	S
C13:0	4,1860		1,000	12,0459		0,0000		0,0000	S
C14:0	0,4328	0,471	0,988	1,2612	0,9945	1,2543	0,9421	1,1882	S
C14:1	0,0000	0,000	0,969	0,0000	0,9944	0,0000	0,9417	0,0000	M
C15:0	0,0575	0,063	0,961	0,1724	0,9948	0,1715	0,9453	0,1629	S
C15:1	0,0000	0,000	0,952	0,0000	0,9947	0,0000	0,9449	0,0000	M
C16:0	6,6380	7,219	0,938	20,3619	0,995	20,2601	0,9481	19,3051	S
C16:1	0,2142	0,233	0,858	0,7187	0,995	0,7151	0,9477	0,6811	M
C17:0	0,0879	0,096	0,877	0,2883	0,9953	0,2870	0,9507	0,2741	S
C17:1	0,0000	0,000	0,894	0,0000	0,9952	0,0000	0,9503	0,0000	M
C18:0	5,8301	6,341	0,843	19,8947	0,9955	19,8052	0,953	18,9597	S
C18:1n9t	0,0934	0,102	0,826	0,3252	0,9955	0,3238	0,9527	0,3098	T
C18:1n9c	57,3267	62,348	0,888	185,7243	0,9955	184,8886	0,9527	176,9396	M
C18:2n6t	0,1988	0,216	0,824	0,6939	0,9954	0,6907	0,9524	0,6608	T
C18:2n6c	15,8338	17,221	0,878	51,9104	0,9954	51,6716	0,9524	49,4395	P
C20:0	0,3917	0,426	0,760	1,4826	0,9959	1,4765	0,957	1,4188	S
C18:3n6	0,0000	0,000	0,861	0,0000	0,9954	0,0000	0,952	0,0000	P
C20:1	0,7012	0,763	0,744	2,7106	0,9961	2,7000	0,9568	2,5935	M
C18:3n3	2,6506	2,883	0,853	8,9383	0,9954	8,8971	0,952	8,5092	P
C21:0	0,0000	0,000	0,729	0,0000	0,9961	0,0000	0,9588	0,0000	S
C20:2	0,0000	0,000	0,764	0,0000	0,9958	0,0000	0,9565	0,0000	P
C22:0	0,5634	0,613	0,707	2,2932	0,9962	2,2845	0,9565	2,1934	S
C20:3n6	0,0000	0,000	0,767	0,0000	0,9958	0,0000	0,9562	0,0000	P
C22:1n9	0,1121	0,122	0,700	0,4609	0,9962	0,4591	0,9602	0,4425	M
C20:3n3	0,0000	0,000	0,674	0,0000	0,9958	0,0000	0,9562	0,0000	P
C20:4n6	0,0000	0,000	0,761	0,0000	0,9958	0,0000	0,956	0,0000	P
C23:0	0,0592	0,064	0,650	0,2618	0,9964	0,2608	0,962	0,2518	S
C22:2	0,0000	0,000	0,697	0,0000	0,9962	0,0000	0,96	0,0000	P
C24:0	0,1978	0,215	0,671	0,8479	0,9965	0,8450	0,9963	0,8448	S
C20:5	0,0000	0,000	0,749	0,0000	0,9958	0,0000	0,9557	0,0000	P
C24:1	0,0541	0,059	0,670	0,2324	0,9965	0,2315	0,9632	0,2238	M
C22:6n3	0,0000	0,000	0,509	0,0000	0,9961	0,0000	0,959	0,0000	P
Σ	91,9457	100,000				296,7240			

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

Tabela 21 - Resultados calculados para posterior cálculo dos ácidos gordos saturados, monoinsaturados, polinsaturados e da matéria gorda da matriz "Mélange Nutritif F".

Mélange Nutritif F	Área (%)	Área corrigida (%)	Ri	WFAMEi	ftGi	WTGi	fAGi	WTGi	Grupo
C4:0	0,0000	0,000	0,680	0,0000	0,9868	0,0000	0,8627	0,0000	S
C6:0	0,0000	0,000	0,827	0,0000	0,9897	0,0000	0,8923	0,0000	S
C8:0	0,1124	0,119	0,932	0,3217	0,9915	0,3190	0,9029	0,2905	S
C10:0	0,1454	0,154	0,990	0,3921	0,9928	0,3893	0,9114	0,3574	S
C11:0	0,0000	0,000	1,000	0,0000	0,9933	0,0000	0,9247	0,0000	S
C12:0	0,2221	0,235	1,005	0,5898	0,9937	0,5861	0,93	0,5485	S
C13:0	4,5132		1,000	12,0459		0,0000		0,0000	S
C14:0	0,4410	0,467	0,988	1,1919	0,9945	1,1854	0,9421	1,1229	S
C14:1	0,0000	0,000	0,969	0,0000	0,9944	0,0000	0,9417	0,0000	M
C15:0	0,0578	0,061	0,961	0,1606	0,9948	0,1598	0,9453	0,1518	S
C15:1	0,0000	0,000	0,952	0,0000	0,9947	0,0000	0,9449	0,0000	M
C16:0	6,7882	7,189	0,938	19,3127	0,995	19,2161	0,9481	18,3104	S
C16:1	0,2192	0,232	0,858	0,6823	0,995	0,6789	0,9477	0,6466	M
C17:0	0,0689	0,073	0,877	0,2096	0,9953	0,2086	0,9507	0,1992	S
C17:1	0,0000	0,000	0,894	0,0000	0,9952	0,0000	0,9503	0,0000	M
C18:0	5,9366	6,287	0,843	18,7895	0,9955	18,7049	0,953	17,9064	S
C18:1n9t	0,1040	0,110	0,826	0,3360	0,9955	0,3345	0,9527	0,3202	T
C18:1n9c	59,0875	62,578	0,888	177,5490	0,9955	176,7500	0,9527	169,1509	M
C18:2n6t	0,1972	0,209	0,824	0,6384	0,9954	0,6355	0,9524	0,6080	T
C18:2n6c	16,1938	17,150	0,878	49,2413	0,9954	49,0148	0,9524	46,8974	P
C20:0	0,4025	0,426	0,760	1,4130	0,9959	1,4072	0,957	1,3522	S
C18:3n6	0,0000	0,000	0,861	0,0000	0,9954	0,0000	0,952	0,0000	P
C20:1	0,7190	0,762	0,744	2,5781	0,9961	2,5680	0,9568	2,4667	M
C18:3n3	2,7032	2,863	0,853	8,4546	0,9954	8,4157	0,952	8,0488	P
C21:0	0,0000	0,000	0,729	0,0000	0,9961	0,0000	0,9588	0,0000	S
C20:2	0,0000	0,000	0,764	0,0000	0,9958	0,0000	0,9565	0,0000	P
C22:0	0,5797	0,614	0,707	2,1885	0,9962	2,1802	0,9565	2,0933	S
C20:3n6	0,0000	0,000	0,767	0,0000	0,9958	0,0000	0,9562	0,0000	P
C22:1n9	0,1158	0,123	0,700	0,4415	0,9962	0,4398	0,9602	0,4239	M
C20:3n3	0,0000	0,000	0,674	0,0000	0,9958	0,0000	0,9562	0,0000	P
C20:4n6	0,0000	0,000	0,761	0,0000	0,9958	0,0000	0,956	0,0000	P
C23:0	0,0621	0,066	0,650	0,2549	0,9964	0,2540	0,962	0,2453	S
C22:2	0,0000	0,000	0,697	0,0000	0,9962	0,0000	0,96	0,0000	P
C24:0	0,2057	0,218	0,671	0,8178	0,9965	0,8150	0,9963	0,8148	S
C20:5	0,0000	0,000	0,749	0,0000	0,9958	0,0000	0,9557	0,0000	P
C24:1	0,0598	0,063	0,670	0,2380	0,9965	0,2371	0,9632	0,2292	M
C22:6n3	0,0000	0,000	0,509	0,0000	0,9961	0,0000	0,959	0,0000	P
Σ	94,4218	100,000				282,7009			

2. Relatório do material certificado

AVALIAÇÃO DOS CIRCUITOS INTERLABORATORIAIS E MRC

MATERIAL DE REFERÊNCIA CERTIFICADO: _____

ANO-MÊS: 2011/01

CIRCUITO INTERLABORATORIAL: BIPEA - Produtos dietéticos -Mélange Nutrifl Líquido- 2011/000011

Essaio	Método	Valor obtido	Valor de referência	U _r	Valor máximo admissível	Valor mínimo admissível	N.º participantes	Desvio	Z-score	Erro Relativo	Avaliação	Analista	N.º NC
C04:0 (%) - Ác. Butírico	NP EN ISO 5508		0,0	0,0	0,5	0,0	22	0,0	---		Acceptável	Laura Sousa	
C06:0 (%) - Ác. N-hexanóico	NP EN ISO 5508		0,0	0,0	0,5	0,0	20	0,0	---		Acceptável	Laura Sousa	
C08:0 (%) - Ác. N-octanóico	NP EN ISO 5508		0,1	0,0	0,6	0,0	26	0,0	---		Acceptável	Laura Sousa	
C10:0 (%) - Ác. N-decanóico	NP EN ISO 5508	0,1	0,1	0,0	0,6	0,0	28	0,0	---		Acceptável	Laura Sousa	
C11:0 (%) - Ác. Undecanóico	NP EN ISO 5508												
C12:0 (%) - Ác. Láurico	NP EN ISO 5508	0,2	0,2	0,0	0,7	0,0	28	0,0	---		Acceptável	Laura Sousa	
C14:0 (%) - Ác. Mirístico	NP EN ISO 5508	0,5	0,4	0,0	0,9	0,0	28	0,1	1,00		Acceptável	Laura Sousa	
C14:1 (%) - Ác. Miristoleico	NP EN ISO 5508		0,0	0,0	0,5	0,0	20	0,0	---		Acceptável	Laura Sousa	
C15:0iso (%) - Ác. 13-metilmirístico	NP EN ISO 5508		0,0	0,0	0,5	0,0	11	0,0	---		Acceptável	Laura Sousa	
C15:0oiso (%) - Ác. 12-metilmirístico	NP EN ISO 5508		0,0	0,0	0,5	0,0	13	0,0	---		Acceptável	Laura Sousa	
C15:0 (%) - Ác. Pentadecanóico	NP EN ISO 5508	0,1	0,0	0,0	0,5	0,0	23	0,0	---		Acceptável	Laura Sousa	
C16:0 (%) - Ác. Palmitico	NP EN ISO 5508	7,0	7,3	0,3	7,9	6,7	28	1,3	-0,22		Acceptável	Laura Sousa	
C16:1 (%) - Ác. Palmitoleico	NP EN ISO 5508	0,2	0,2	0,0	0,7	0,0	27	0,0	---		Acceptável	Laura Sousa	
C17:0iso (%) - Ác. 15-metilpalmitico	NP EN ISO 5508		0,0	0,0	0,7	0,0	27	0,0	---		Acceptável	Laura Sousa	
C17:0oiso (%) - Ác. 14-metilpalmitico	NP EN ISO 5508		0,0	0,0	0,5	0,0	12	0,0	---		Acceptável	Laura Sousa	
C17:0 (%) - Ác. N-Heptadecanóico	NP EN ISO 5508	0,1	0,1	0,0	0,6	0,0	22	0,0	---		Acceptável	Laura Sousa	
C17:1 (%) - Ác. 9-Heptadecenóico	NP EN ISO 5508	0,1	0,0	0,0	0,5	0,0	21	0,0	---		Acceptável	Laura Sousa	
C18:0 (%) - Ác. Estearico	NP EN ISO 5508	6,0	6,5	0,3	7,0	6,0	28	1,5	-0,33		Acceptável	Laura Sousa	
C18:1 (%) - Ác. Oleico	NP EN ISO 5508	63,7	62,6	0,6	66,1	59,1	26	2,5	0,44		Acceptável	Laura Sousa	
C18:2 (%) - Ác. Linoleico	NP EN ISO 5508	17,1	17,0	0,3	18,4	15,6	27	1,2	0,08		Acceptável	Laura Sousa	
C18:3 (%) - Ác. Linolénico	NP EN ISO 5508	3,2	3,0	0,1	3,5	2,5	27	0,4	0,50		Acceptável	Laura Sousa	
C18:4 (%) - Ác. Octadecatetraenóico	NP EN ISO 5508		0,0	0,0	0,5	0,0	15	0,0	---		Acceptável	Laura Sousa	
C20:0 (%) - Ác. Araquídico	NP EN ISO 5508	0,4	0,4	0,0	0,9	0,0	28	0,1	0,00		Acceptável	Laura Sousa	
C20:1 (%) - Ác. 9-Eicosenóico	NP EN ISO 5508	0,6	0,6	0,0	1,1	0,1	25	0,1	0,00		Acceptável	Laura Sousa	

Observações/Notas: O nosso limite de quantificação para os ácidos butírico, hexanóico, octanóico, miristoleico, metilmirístico, 15-metilpalmitico, 14-metilpalmitico e eicosenóico é 0,1 g/100g. Por motivos estatísticos consideram-se os nossos valores iguais ao valores alvo. As linhas sombreadas a cinza indicam o intervalo definido. O lab definiu os intervalos de acordo com as tolerâncias fornecidas nos comentários da presidente deste programa ECI.

Ao serviço do consumidor

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

AVALIAÇÃO DOS CIRCUITOS INTERLABORATORIAIS E MRC

OK

MATERIAL DE REFERÊNCIA CERTIFICADO: _____

ANO-MÊS: 2011/01

CIRCUITO INTERLABORATORIAL: BIPEA - Produtos dietéticos -Mélange Nutritif Liquide- 2011/000006

Ensaio	Método	Valor obtido	Valor de referência	U _{ref}	Valor máximo admissível	Valor mínimo admissível	N.º participantes	Desvio	Z-score	Erro Relativo	Avaliação	Analista	N.º NC
Humidade (g)	PAFQ.098	38,8	37,9	0,1	39,2	37,2	11	0,8	1,13		Accitável	Isabel V	
Cinza total (g)	PAFQ.060	1,12	1,14	0,01	1,54	0,74	42	0,05	-0,40		Accitável	Elisabete	
Proteína bruta (g)	PAFQ.063	8,7	8,7	0,0	9,1	8,3	38	0,2	0,00		Accitável	Fátima	
Matéria gorda (g)	PAFQ.069	5,2	6	0,1	6,7	5,3	33	0,3	-2,67		Questionável	Mariana	51/FQ/Ma2011
Hidratos de carbono (g)	FDA 109-Q1												
Fósforo (mg)	NP 874	140	134	2	147	121	31	9	0,67		Accitável	Célia	
Cloretos (mg)	AOAC 971.27												
Matéria seca	PAFQ.098												
Fósforo	FTL-IDF 42B:1990												
Lactose	NP 675B												
Lactose	BOE 176303												
Fibra alimentar (g)	AOAC 985.29												
Fibra solúvel	AOAC 991.43												
Fibra insolúvel	AOAC 991.43												
Amido	BOE 207748												
Cloretos (mg)	PAFQ.355	110	110	4	152	68	10	11	0,00		Accitável	Fátima	
Proteína DUMAS (g)	PAFQ.360	8,8	8,8	0,1	9,2	8,4	9	0,3	0,00		Accitável	Fátima	
Índice de peróxidos (meq/kg)	EN ISO 3960												
Ácido oleico (%)	EN ISO 660												
Fósforo (mg)	NP 4495												
Cloretos (mg)	NP 2929												

Observações/notas:

Figura 29 - Relatório do material certificado "Mélange Nutritif".

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

File C:\CHEM32\1\DATA\SIG11049.D
 Sample Name: Plâte cuisiné à base de viande F

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
63	71.939	EV	0.1168	2.61186	3.43040e-1	0.02019
64	72.441	VB	0.1361	59.06159	6.61888	0.45648
65	73.073	EV	0.1497	5.62333	5.76804e-1	0.04346
66	73.339	VV	0.1393	6.26149	7.07205e-1	0.04839
67	73.567	VV	0.1264	2.26403	2.68399e-1	0.01750
68	73.808	VV	0.1285	5.99870	7.25362e-1	0.04636
69	74.019	VB	0.1343	6.24843	6.85595e-1	0.04829
70	74.954	BB	0.1592	37.30894	3.42229	0.28836 C21:0
71	76.355	BB	0.1774	2.56012	2.11279e-1	0.01979
72	76.965	BB	0.1354	2.59906	3.04971e-1	0.02009
73	77.476	BB	0.1403	4.86638	5.44514e-1	0.03761
74	78.232	BB	0.1275	7.63459	9.32732e-1	0.05901 C22:1
75	79.046	BB	0.1341	2.78949	3.31871e-1	0.02156
76	79.462	BB	0.1397	1.94513	2.18817e-1	0.01503
77	79.959	BB	0.1566	18.05353	1.80595	0.13953 C20:4n6
78	81.170	BB	0.1725	2.70829	2.38390e-1	0.02093
79	82.169	BB	0.1270	1.23210	1.51377e-1	0.00952
80	83.361	BB	0.1304	2.59240	3.07359e-1	0.02004
81	85.057	BB	0.1161	11.48031	1.59342	0.08873 C14:0
82	85.960	BB	0.1289	15.03252	1.80957	0.11618 C20:5n3
83	87.872	EV	0.1035	1.45190	2.24386e-1	0.01122
84	88.117	VB	0.1148	3.39302	4.77990e-1	0.02622
85	94.736	BB	0.1293	2.17017	2.71465e-1	0.01677
86	96.351	BB	0.1481	21.92733	2.36711	0.16947
87	99.022	BB	0.1515	6.47539	6.54246e-1	0.05005 C22:6
88	101.434	BB	0.1087	1.43610	2.07734e-1	0.01110

Totals : 1.29385e4 1187.47554

*** End of Report ***

Figura 30 - Cromatograma relativo à amostra Plat cuisiné à base de viande F.

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

Data File C:\CHEM32\1\DATA\SIG11062.D
 Sample Name: Plâte cuisiné à base de viande K

Data File C:\CHEM32\1\DATA\SIG11062.D
 Sample Name: Plâte cuisiné à base de viande K

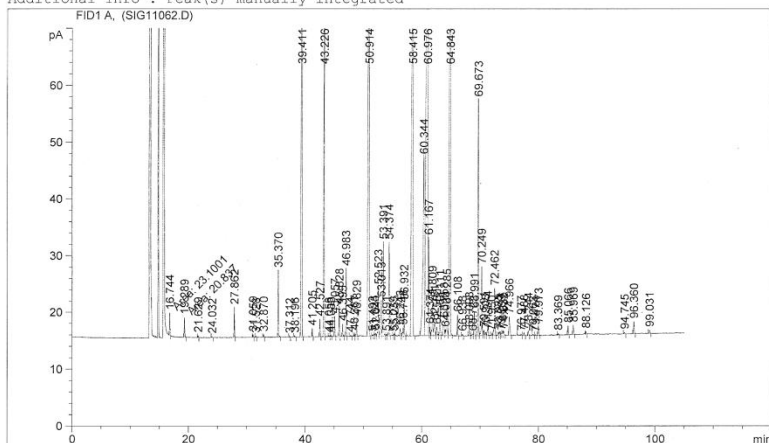
```

=====
Acq. Operator   :
Acq. Instrument : Instrument 1          Location : Vial 1
Injection Date  : 9/30/2011 11:55:03 AM  Inj : 1
                                           Inj Volume : Manually

Acq. Method    : C:\CHEM32\1\METHODS\AOAC.M
Last changed   : 9/30/2011 11:41:34 AM
                (modified after loading)
Analysis Method : C:\CHEM32\1\METHODS\AOAC.M
Last changed   : 9/30/2011 1:40:05 PM
                (modified after loading)
Sample Info    : Plâte cuisiné à base de viande K
                Coluna 7GA
                Equipamento 101A
                Coluna 1GB
                Equipamento 101 A
    
```

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
3	21.629	BB	0.0825	1.90445	3.79821e-1	0.01499
4	24.032	BB	0.1004	1.08786	1.75312e-1	0.00856
5	27.862	BB	0.0840	27.22883	5.29485	0.21431
6	31.059	BB	0.0999	3.09696	5.02577e-1	0.02438
7	31.528	BB	0.0887	1.36353	2.46001e-1	0.01073
8	32.870	BB	0.1069	3.14885	4.65507e-1	0.02478
9	35.370	BB	0.0878	64.14756	11.73368	0.50489
10	37.312	BB	0.0915	8.18517e-1	1.41520e-1	0.00644
11	38.196	BB	0.1376	2.24756	2.39298e-1	0.01769
12	39.411	BB	0.1304	1644.58887	194.91611	12.94412
13	41.205	BB	0.0912	7.84558	1.44786	0.06175
14	42.527	BB	0.1022	19.58897	3.08084	0.15418
15	43.226	BB	0.1033	470.95276	72.96593	3.70674
16	44.056	BB	0.1167	1.66710	2.09921e-1	0.01312
17	44.388	BB	0.0899	1.49582	2.64995e-1	0.01177
18	45.057	BB	0.0938	20.06412	3.55953	0.15792
19	45.828	BB	0.0898	29.86496	5.29383	0.23506
20	46.395	BB	0.1000	13.76429	2.22945	0.10834
21	46.983	BB	0.0876	65.19223	11.96672	0.51311
22	47.744	BB	0.1594	2.41037	2.13970e-1	0.01897
23	48.387	BV	0.0949	3.29260	5.41891e-1	0.02592
24	48.829	VB	0.1025	20.29606	3.17845	0.15974
25	50.914	BB	0.1699	1984.09924	178.17113	15.61631
26	51.492	BB	0.1440	2.67572	2.60065e-1	0.02106
27	51.825	BV	0.1056	3.01357	4.30792e-1	0.02372
28	52.041	VV	0.0931	3.15639	5.32668e-1	0.02484
29	52.523	VV	0.1095	59.69024	8.54177	0.46981
30	53.013	VV	0.1128	48.11542	6.32443	0.37870
31	53.391	VV	0.1267	145.58682	16.53241	1.14587
32	53.891	VV	0.0895	1.83881	3.27551e-1	0.01447
33	54.374	VB	0.1014	104.04945	16.53131	0.81895
34	55.039	BV	0.1008	1.23611	1.97974e-1	0.00973
35	55.255	VV	0.1059	2.56884	4.05523e-1	0.02022
36	56.242	VV	0.1724	15.62108	1.33612	0.12295
37	56.748	VV	0.1311	13.22532	1.44122	0.10409
38	56.932	VB	0.0979	37.26695	5.87981	0.29332
39	58.415	BB	0.2125	1390.28833	91.88811	10.94259
40	60.344	VB	0.2182	492.46365	31.54190	3.87605
41	60.976	VV	0.2296	3372.53882	216.68761	26.54435
42	61.167	VV	0.0838	94.86059	17.33722	0.74662
43	61.374	VV	0.0932	9.55024	1.61119	0.07517
44	61.809	VV	0.1270	47.76258	5.62700	0.37593
45	62.181	VV	0.1853	30.52151	2.26438	0.24023
46	62.560	VV	0.1644	16.45810	1.54405	0.12954
47	63.111	VB	0.1209	38.93745	4.88754	0.30647
48	63.758	BV	0.1973	37.14922	2.68686	0.29239
49	64.020	VV	0.1212	8.37756	1.04884	0.06594
50	64.285	VV	0.1449	47.51475	5.09267	0.37398
51	64.843	VB	0.1630	1500.77844	142.32562	11.81222
52	66.108	BB	0.1126	25.88137	3.74762	0.20371
53	66.938	BB	0.1341	3.15967	3.60960e-1	0.02487
54	68.098	BB	0.1296	9.26559	1.06351	0.07293
55	68.722	BV	0.1870	5.01734	3.59193e-1	0.03949
56	68.991	VB	0.1192	32.88497	4.39797	0.25883
57	69.673	BV	0.1165	301.92041	41.66110	2.37633
58	70.249	VV	0.1275	99.71536	12.17747	0.78483
59	70.591	VV	0.1294	9.15270	1.05279	0.07204
60	70.903	VV	0.1281	5.42133	6.58332e-1	0.04267
61	71.274	VB	0.1736	13.22509	1.19051	0.10409
62	71.950	VB	0.1164	2.45551	3.39307e-1	0.01933

Additional Info : Peak(s) manually integrated



Area Percent Report

```

Sorted By      : Signal
Multiplier:    : 1.0000
Dilution:      : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
    
```

Signal 1: FID1 A,

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	16.744	MM	0.0981	23.10007	3.92313	0.18181
2	19.289	MM	0.0987	20.83704	3.52025	0.16400

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

C:\CHEM32\1\DATA\SIG11062.D
Name: Plâte cuisiné à base de viande K

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
63	72.462	VB	0.1358	74.39288	8.36044	0.58553
64	73.085	BV	0.1573	5.68557	5.46836e-1	0.04475
65	73.343	VV	0.1502	6.75466	7.15110e-1	0.05316
66	73.603	VV	0.1387	3.69182	4.03579e-1	0.02906
67	73.825	VV	0.1349	7.64637	8.67310e-1	0.06018
68	74.032	VB	0.1343	6.66803	7.60168e-1	0.05248
69	74.966	BB	0.1595	36.40404	3.33204	0.28653 C22:0
70	76.977	BV	0.2776	5.97606	2.88611e-1	0.04704
71	77.488	VB	0.1397	4.57135	5.14334e-1	0.03598
72	78.244	BB	0.1291	7.27091	8.73794e-1	0.05723 C22:1
73	79.063	BB	0.1369	2.09334	2.51914e-1	0.01648
74	79.474	BB	0.1330	1.34156	1.61321e-1	0.01056
75	79.973	BB	0.1577	16.96792	1.68172	0.13355 C20:4n6
76	83.369	BB	0.1297	2.42275	2.89406e-1	0.01907
77	85.066	BB	0.1155	11.23584	1.56894	0.08843 C24:0
78	85.969	BB	0.1335	13.66380	1.63457	0.10754 C20:5n3
79	88.126	BB	0.1072	2.98059	4.39150e-1	0.02346
80	94.745	BB	0.1313	2.27849	2.78802e-1	0.01793
81	96.360	BB	0.1483	19.77563	2.13056	0.15565
82	99.031	BB	0.1632	6.02800	5.70610e-1	0.04744 C22:6
Totals :				1.27053e4	1180.62519	

*** End of Report ***

Figura 31 - Cromatograma relativo à amostra Plat cuisiné à base de viande K.

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

Tabela 22 - Resultados calculados para posterior cálculo dos ácidos gordos saturados, monoinsaturados, polinsaturados e da matéria gorda da matriz "Plat cuisiné F".

Plat cuisiné F	Área (%)	Área corrigida (%)	Ri	WFAMEi	ftGi	WTGi	fAGi	WTGi	Grupo
C4:0	0,0000	0,000	0,680	0,0000	0,9868	0,0000	0,8627	0,0000	S
C6:0	0,0000	0,000	0,827	0,0000	0,9897	0,0000	0,8923	0,0000	S
C8:0	0,0000	0,000	0,932	0,0000	0,9915	0,0000	0,9029	0,0000	S
C10:0	0,2159	0,257	0,990	0,2186	0,9928	0,2170	0,9114	0,1992	S
C11:0	0,0000	0,000	1,000	0,0000	0,9933	0,0000	0,9247	0,0000	S
C12:0	0,5002	0,596	1,005	0,4987	0,9937	0,4956	0,93	0,4638	S
C13:0	12,2529		1,000	12,2769		0,0000		0,0000	S
C14:0	3,7035	4,410	0,988	3,7575	0,9945	3,7369	0,9421	3,5400	S
C14:1	0,1109	0,132	0,969	0,1147	0,9944	0,1141	0,9417	0,1080	M
C15:0	0,5105	0,608	0,961	0,5324	0,9948	0,5296	0,9453	0,5033	S
C15:1	0,0000	0,000	0,952	0,0000	0,9947	0,0000	0,9449	0,0000	M
C16:0	15,4886	18,441	0,938	16,5427	0,995	16,4600	0,9481	15,6841	S
C16:1	1,5385	1,832	0,858	1,7977	0,995	1,7887	0,9477	1,7037	M
C17:0	0,8106	0,965	0,877	0,9263	0,9953	0,9220	0,9507	0,8807	S
C17:1	0,2937	0,350	0,894	0,3293	0,9952	0,3277	0,9503	0,3130	M
C18:0	10,8135	12,875	0,843	12,8483	0,9955	12,7905	0,953	12,2444	S
C18:1n9t	3,8288	4,559	0,826	4,6440	0,9955	4,6231	0,9527	4,4243	T
C18:1n9c	28,4829	33,913	0,888	32,1299	0,9955	31,9853	0,9527	30,6101	M
C18:2n6t	1,0516	1,252	0,824	1,2780	0,9954	1,2721	0,9524	1,2172	T
C18:2n6c	12,1348	14,448	0,878	13,8521	0,9954	13,7883	0,9524	13,1927	P
C20:0	0,2057	0,245	0,760	0,2710	0,9959	0,2699	0,957	0,2594	S
C18:3n6	0,0718	0,086	0,861	0,0836	0,9954	0,0832	0,952	0,0796	P
C20:1	0,2645	0,315	0,744	0,3560	0,9961	0,3547	0,9568	0,3407	M
C18:3n3	2,5123	2,991	0,853	2,9498	0,9954	2,9362	0,952	2,8082	P
C21:0	0,7082	0,843	0,729	0,9740	0,9961	0,9702	0,9588	0,9338	S
C20:2	0,0000	0,000	0,764	0,0000	0,9958	0,0000	0,9565	0,0000	P
C22:0	0,2884	0,343	0,707	0,4087	0,9962	0,4071	0,9565	0,3909	S
C20:3n6	0,0000	0,000	0,767	0,0000	0,9958	0,0000	0,9562	0,0000	P
C22:1n9	0,0590	0,070	0,700	0,0845	0,9962	0,0841	0,9602	0,0811	M
C20:3n3	0,0000	0,000	0,674	0,0000	0,9958	0,0000	0,9562	0,0000	P
C20:4n6	0,1395	0,166	0,761	0,1836	0,9958	0,1829	0,956	0,1756	P
C23:0	0,0000	0,000	0,650	0,0000	0,9964	0,0000	0,962	0,0000	S
C22:2	0,0000	0,000	0,697	0,0000	0,9962	0,0000	0,96	0,0000	P
C24:0	0,0887	0,106	0,671	0,1324	0,9965	0,1320	0,9963	0,1320	S
C20:5	0,1162	0,138	0,749	0,1553	0,9958	0,1547	0,9557	0,1484	P
C24:1	0,0000	0,000	0,670	0,0000	0,9965	0,0000	0,9632	0,0000	M
C22:6n3	0,0501	0,060	0,509	0,0985	0,9961	0,0981	0,959	0,0944	P
Σ	83,9883	100,000				91,9623			

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

Tabela 23 - Resultados calculados para posterior cálculo dos ácidos gordos saturados, monoinsaturados, polinsaturados e da matéria gorda da matriz "Plat cuisiné K".

Plat cuisiné K	Área (%)	Área corrigida (%)	Ri	WFAMEi	ftGi	WTGi	fAGi	WTGi	Grupo
C4:0	0,0000	0,000	0,680	0,0000	0,9868	0,0000	0,8627	0,0000	S
C6:0	0,0000	0,000	0,827	0,0000	0,9897	0,0000	0,8923	0,0000	S
C8:0	0,0000	0,000	0,932	0,0000	0,9915	0,0000	0,9029	0,0000	S
C10:0	0,2232	0,264	0,990	0,2315	0,9928	0,2298	0,9114	0,2109	S
C11:0	0,0000	0,000	1,000	0,0000	0,9933	0,0000	0,9247	0,0000	S
C12:0	0,5131	0,607	1,005	0,5239	0,9937	0,5206	0,93	0,4873	S
C13:0	11,9618		1,000	12,2769		0,0000		0,0000	S
C14:0	3,7580	4,448	0,988	3,9056	0,9945	3,8841	0,9421	3,6795	S
C14:1	0,1101	0,130	0,969	0,1166	0,9944	0,1159	0,9417	0,1098	M
C15:0	0,5179	0,613	0,961	0,5533	0,9948	0,5505	0,9453	0,5231	S
C15:1	0,0000	0,000	0,952	0,0000	0,9947	0,0000	0,9449	0,0000	M
C16:0	15,6753	18,552	0,938	17,1495	0,995	17,0637	0,9481	16,2594	S
C16:1	1,5303	1,811	0,858	1,8316	0,995	1,8224	0,9477	1,7358	M
C17:0	0,8269	0,979	0,877	0,9678	0,9953	0,9633	0,9507	0,9201	S
C17:1	0,2974	0,352	0,894	0,3416	0,9952	0,3400	0,9503	0,3246	M
C18:0	11,0106	13,031	0,843	13,4008	0,9955	13,3405	0,953	12,7710	S
C18:1n9t	3,9428	4,666	0,826	4,8986	0,9955	4,8765	0,9527	4,6669	T
C18:1n9c	28,4926	33,722	0,888	32,9229	0,9955	32,7747	0,9527	31,3656	M
C18:2n6t	1,0738	1,271	0,824	1,3368	0,9954	1,3306	0,9524	1,2732	T
C18:2n6c	12,0444	14,255	0,878	14,0835	0,9954	14,0187	0,9524	13,4131	P
C20:0	0,2065	0,244	0,760	0,2787	0,9959	0,2776	0,957	0,2667	S
C18:3n6	0,0708	0,084	0,861	0,0845	0,9954	0,0841	0,952	0,0804	P
C20:1	0,2602	0,308	0,744	0,3588	0,9961	0,3574	0,9568	0,3433	M
C18:3n3	2,4417	2,890	0,853	2,9367	0,9954	2,9232	0,952	2,7957	P
C21:0	0,7732	0,915	0,729	1,0893	0,9961	1,0850	0,9588	1,0444	S
C20:2	0,0000	0,000	0,764	0,0000	0,9958	0,0000	0,9565	0,0000	P
C22:0	0,2896	0,343	0,707	0,4204	0,9962	0,4188	0,9565	0,4021	S
C20:3n6	0,0000	0,000	0,767	0,0000	0,9958	0,0000	0,9562	0,0000	P
C22:1n9	0,0581	0,069	0,700	0,0852	0,9962	0,0849	0,9602	0,0818	M
C20:3n3	0,0000	0,000	0,674	0,0000	0,9958	0,0000	0,9562	0,0000	P
C20:4n6	0,1313	0,155	0,761	0,1770	0,9958	0,1763	0,956	0,1692	P
C23:0	0,0000	0,000	0,650	0,0000	0,9964	0,0000	0,962	0,0000	S
C22:2	0,0000	0,000	0,697	0,0000	0,9962	0,0000	0,96	0,0000	P
C24:0	0,0873	0,103	0,671	0,1335	0,9965	0,1330	0,9963	0,1330	S
C20:5	0,1092	0,129	0,749	0,1495	0,9958	0,1489	0,9557	0,1429	P
C24:1	0,0000	0,000	0,670	0,0000	0,9965	0,0000	0,9632	0,0000	M
C22:6n3	0,0492	0,058	0,509	0,0992	0,9961	0,0988	0,959	0,0951	P
Σ	84,4935	100,000				94,7053			

2. Relatório do material certificado

AVALIAÇÃO DOS CIRCUITOS INTERLABORATORIAIS E MRC

MATERIAL DE REFERÊNCIA CERTIFICADO: _____

ANO-MÊS: 2010-09

CIRCUITO INTERLABORATORIAL: BIPEA - Produtos dietéticos - Plat cuisiné à base de viande - 2010/041457

Ensaio	Método	Valor obtido	Valor de referência	U_{ref}	Valor máximo admissível	Valor mínimo admissível	N.º participantes	Desvio	Z-score	Erro Relativo	Avaliação	Analista	N.º NC
C04:0 (%) - Ác. Butírico	NP EN ISO 5508	0,0	0,0	0,0	0,5	0,0	24	0,0	---		Aceitável	Joana Rangel	
C06:0 (%) - Ác. N-hexanóico	NP EN ISO 5508	0,0	0,0	0,0	0,5	0,0	25	0,0	---		Aceitável	Joana Rangel	
C08:0 (%) - Ác. N-octanóico	NP EN ISO 5508	0,0	0,0	0,0	0,5	0,0	25	0,0	---		Aceitável	Joana Rangel	
C10:0 (%) - Ác. N-decanóico	NP EN ISO 5508	0,2	0,3	0,0	0,8	0,0	27	0,1	-1,00		Aceitável	Joana Rangel	
C11:0 (%) - Ác. Undecanóico	NP EN ISO 5508												
C12:0 (%) - Ác. Láurico	NP EN ISO 5508	0,6	0,7	0,0	1,2	0,2	26	0,2	-0,50		Aceitável	Joana Rangel	
C14:0 (%) - Ác. Mirístico	NP EN ISO 5508	4,5	4,5	0,2	5,0	4,0	27	0,7	0,00		Aceitável	Joana Rangel	
C14:1 (%) - Ác. Miristoléico	NP EN ISO 5508	0,1	0,1	0,0	0,6	0,0	25	0,1	0,00		Aceitável	Joana Rangel	
C15:0iso (%) - Ác. 13-metilmirístico	NP EN ISO 5508	0,2	0,2	0,0	0,7	0,0	15	0,0	---		Aceitável	Joana Rangel	
C15:0oiso (%) - Ác. 12-metilmirístico	NP EN ISO 5508	0,3	0,3	0,0	0,8	0,0	17	0,0	---		Aceitável	Joana Rangel	
C15:0 (%) - Ác. Pentadecanóico	NP EN ISO 5508	0,6	0,6	0,0	1,1	0,1	26	0,1	0,00		Aceitável	Joana Rangel	
C16:0 (%) - Ác. Palmítico	NP EN ISO 5508	18,8	18,3	0,3	19,8	16,8	27	1,4	0,36		Aceitável	Joana Rangel	
C16:1 (%) - Ác. Palmitoléico	NP EN ISO 5508	1,5	1,3	0,1	1,8	0,8	27	0,4	0,50		Aceitável	Joana Rangel	
C17:0iso (%) - Ác. 15-metilpalmitico	NP EN ISO 5508	0,3	0,3	0,1	0,8	0,0	15	0,2	0,00		Aceitável	Joana Rangel	
C17:0oiso (%) - Ác. 14-metilpalmitico	NP EN ISO 5508	0,8	0,5	0,0	1,0	0,0	16	0,1	3,00		Aceitável	Joana Rangel	
C17:0 (%) - Ác. N-Heptadecanóico	NP EN ISO 5508	1,0	0,9	0,0	1,4	0,4	27	0,1	1,00		Aceitável	Joana Rangel	
C17:1 (%) - Ác. 9-Heptadecenóico	NP EN ISO 5508	0,4	0,3	0,1	0,8	0,0	26	0,2	0,50		Aceitável	Joana Rangel	
C18:0 (%) - Ác. Esteárico	NP EN ISO 5508	14,1	13,4	0,3	14,5	12,3	27	1,0	0,70		Aceitável	Joana Rangel	
C18:1 (%) - Ác. Oleico	NP EN ISO 5508	41,9	38,7	0,9	43,3	34,1	27	3,7	0,86		Aceitável	Joana Rangel	
C18:2 (%) - Ác. Linoleico	NP EN ISO 5508	12,0	15,0	0,5	16,8	13,2	27	2,0	-1,50		Questionável	Joana Rangel	7/MIA/Nov2010
C18:3 (%) - Ác. Linolénico	NP EN ISO 5508	2,3	2,9	0,1	3,6	2,2	27	0,6	-1,00		Aceitável	Joana Rangel	
C18:4 (%) - Ác. Octadecatetraenóico	NP EN ISO 5508	0,0	0,0	0,0	0,5	0,0	16	0,0	---		Aceitável	Joana Rangel	
C20:0 (%) - Ác. Araquídico	NP EN ISO 5508	0,3	0,2	0,0	0,7	0,0	27	0,0	---		Aceitável	Joana Rangel	
C20:1 (%) - Ác. 9-Eicosenóico	NP EN ISO 5508	0,2	0,3	0,0	0,8	0,0	26	0,0	---		Aceitável	Joana Rangel	

Observações/notas: O limite de detecção de C4:0, C6:0, C8:0 e C18:4 é <0,1%. Por motivos estatísticos consideramos os nossos valores iguais aos valores alvo.

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

OK

AVALIAÇÃO DOS CIRCUITOS INTERLABORATORIAIS E MRC

MATERIAL DE REFERÊNCIA CERTIFICADO: _____

ANO-MÊS: 2010-09

CIRCUITO INTERLABORATORIAL: BIPEA - Produtos dietéticos - Plat cuisiné à base de viande - 2010/041455

Ensaio	Método	Valor obtido	Valor de referência	U_{ref}	Valor máximo admissível	Valor mínimo admissível	N.º participantes	Desvio	Z-score	Erro Relativo	Avaliação	Analista	Nº NC
Humidade (g)	PAFQ.098												
Cinza total (g)	PAFQ.060	0,65	0,67	0,01	1,07	0,27	40	0,04	-0,50		Aceitável	Elisabete	
Proteína bruta (g)	PAFQ.063	2,6	2,8	0,0	3,2	2,4	39	0,2	-1,00		Aceitável	Fátima	
Matéria gorda (g)	PAFQ.069	2,0	1,9	0,0	2,5	1,3	36	0,2	0,50		Aceitável	Mariana	
Hidratos de carbono (g)	FDA 109-Q1	9,0	10,2	0,1	11,7	8,7	37	0,6	-2,00		Aceitável	Cálculo	
Fósforo (mg)	NP 874	37	41	1	45	37	28	4	-1,00		Aceitável	Célia	
Cloretos (mg)	AOAC 971.27												
Matéria seca (g)	PAFQ.098	15,9	15,7	0,1	16,7	14,7	33	0,4	0,50		Aceitável	Isabel V	
Fósforo	FIL-IDF 42B:1990												
Lactose	NP 675B												
Lactose	BOE 176303												
Fibra alimentar (g)	AOAC 985.29	1,6	1,6	0,1	2,2	1,0	26	0,5	0,00		Aceitável	Isabel V	
Fibra solúvel	AOAC 991.43												
Fibra insolúvel	AOAC 991.43												
Amido	BOE 207748												
Cloretos (mg)	PAFQ.355	346	354	5	432	276	15	14	-0,57		Aceitável	Fátima	

Observações/notas:

Figura 32 - Relatório do material certificado "Plat cuisiné à base de viande".

Anexo F – Resultados das amostras

1. Resultados do método corrente

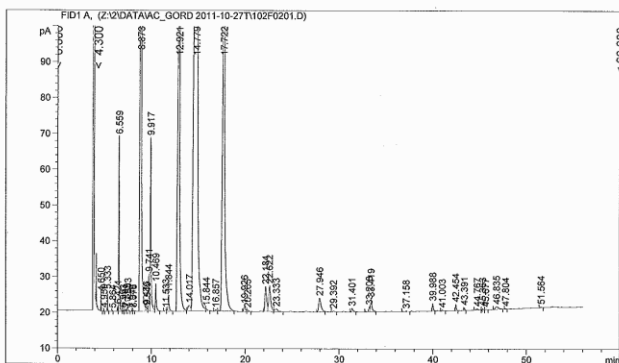
1.1. Fiambre

Data File Z:\2\DATA\AC_GORD 2011-10-27\F102F0201.D
Sample Name: 58128 Fiambre

```

=====
Acq. Operator   :                               Seq. Line :    2
Acq. Instrument : Instrument 2                   Location  : Vial 102
Injection Date  : 10/27/2011 6:31:57 PM         Inj       :    1
                                                    Inj Volume: 0.6 µl

Acq. Method    : C:\CHEM32\2\METHODS\AC_GORD.M
Last changed   : 10/24/2011 5:58:50 PM
Analysis Method: C:\CHEM32\1\METHODS\AC_GORD.M
Last changed   : 10/28/2011 8:50:57 AM
                                                    (modified after loading) (Current integration events modified)
Sample Info    : Coluna 1GC; Equipamento 101B-1; 101B-2.
=====
    
```



Area Percent Report

```

=====
Sorted By      : Signal
Multiplier    : 1.0000
Dilution      : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
=====
    
```

Signal 1: FID1 A_x

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	4.650	VB	0.0343	10.22202	4.91658	0.08032
2	4.950	BB	0.0363	8.14913e-1	3.61570e-1	0.00640
3	5.333	BB	0.0378	14.01410	5.48909	0.11012
4	5.864	BB	0.0462	5.90167e-1	2.01270e-1	0.00464
5	6.424	BV	0.0528	4.67863	1.40831	0.03676
6	6.559	VV	0.0528	171.05403	48.87984	1.34414
7	6.993	VB	0.0707	1.58614	3.26430e-1	0.01246
8	7.201	BV	0.0651	2.05423	4.68787e-1	0.01614

Instrument 1 10/28/2011 8:51:17 AM

Page 1 of 2

Data File Z:\2\DATA\AC_GORD 2011-10-27\F102F0201.D
Sample Name: 58128 Fiambre

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
9	7.359	VV	0.0601	2.04281	5.16558e-1	0.01605
10	7.503	VB	0.0655	9.33093	2.11305	0.07332
11	7.946	BV	0.0607	1.11828	2.79274e-1	0.00879
12	8.078	VB	0.0843	1.48604	2.69667e-1	0.01168
13	8.873	BV	0.0943	2941.13940	416.85410	23.11142
14	9.436	VV	0.0877	7.04462	1.14677	0.05536
15	9.549	VV	0.0908	6.11076	9.52518e-1	0.04802
16	9.741	VV	0.0795	54.62773	10.35546	0.42926
17	9.917	VV	0.0873	287.57242	48.44635	2.25974
18	10.469	VB	0.1045	53.53220	7.56595	0.42066
19	11.533	BV	0.1055	2.83017	3.95336e-1	0.02224
20	11.844	BV	0.1242	39.68470	4.53218	0.31184
21	12.921	BV	0.1507	1535.42151	132.96138	12.06531
22	14.017	VV	0.2464	30.89775	1.59208	0.24279
23	14.779	VV	0.2414	5246.02539	271.48666	41.22316
24	15.844	VB	0.1287	6.70428	6.70013e-1	0.05268
25	16.857	BV	0.1406	3.80361	3.61945e-1	0.02989
26	17.722	VB	0.1949	1853.29272	126.54066	14.56314
27	19.926	BV	0.1745	17.97690	1.55912	0.14126
28	20.265	VB	0.1846	4.77031	3.79503e-1	0.03748
29	22.184	BV	0.1993	92.74340	6.96892	0.72878
30	22.622	VV	0.2150	104.90302	7.15787	0.82433
31	23.333	BV	0.3009	15.70192	7.02239e-1	0.12339
32	27.946	BB	0.2649	68.17734	3.80738	0.53574
33	29.392	BB	0.1917	3.20827	2.25846e-1	0.02521
34	31.401	BB	0.2068	13.40200	9.72345e-1	0.10531
35	33.208	BV	0.1382	11.89967	1.28365	0.09351
36	33.419	VB	0.1732	40.85762	3.37564	0.32106
37	37.158	BB	0.1826	2.25624	1.65937e-1	0.01773
38	39.988	BB	0.1033	14.49311	2.13125	0.11389
39	41.003	BB	0.1501	3.23148	2.89804e-1	0.02539
40	42.454	BB	0.0957	11.28790	1.73957	0.08870
41	43.391	BB	0.0898	4.65893	7.78391e-1	0.03661
42	44.767	BB	0.2253	5.66259	3.45426e-1	0.04450
43	45.363	BB	0.0891	2.17790	3.67952e-1	0.01711
44	45.677	BB	0.0738	5.65465e-1	1.10283e-1	0.00444
45	46.835	BB	0.3205	17.54972	7.24753e-1	0.13791
46	47.804	BB	0.0917	7.12776e-1	1.22749e-1	0.00560
47	51.564	BB	0.1263	2.00003	2.11510e-1	0.01572

Totals : 1.27259e4 1122.51258

*** End of Report ***

Instrument 1 10/28/2011 8:51:17 AM

Page 2 of 2

Figura 33 – Cromatograma relativo ao fiambre.

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

Tabela 24 - Resultados relativos à amostra de fiambre com os respectivos teores em ácidos gordos saturados, monoinsaturados, polinsaturados e % matéria gorda obtida pelo método gravimétrico.

Ác. Gordos	Área (%)	Área corrigida (%; centésimas)	Grupo
C04:0	0,00	0,00	S
C06:0	0,00	0,00	S
C08:0	0,00	0,00	S
C10:0	0,08	0,08	S
C11:0	0,00	0,00	S
C12:0	0,11	0,11	S
C14:0	1,34	1,35	S
C15:0 iso	0,00	0,00	S
C15:0 aiso	0,00	0,00	S
C14:1	0,00	0,00	M
C15:0	0,07	0,07	S
C16:0	23,10	23,29	S
C17:0 iso	0,00	0,00	S
C17:0 aiso	0,00	0,00	S
C16:1	2,69	2,71	M
C17:0	0,42	0,42	S
C17:1	0,31	0,31	M
C18:0	12,07	12,17	S
C18:1T	0,24	0,24	T
C18:1	41,22	41,55	M
C18:2T	0,08	0,08	T
C18:2	14,56	14,68	P
C18:2 (C9,T11)	0,12	0,12	T
C18:2 (T10,C12)	0,00	0,00	T
C18:3T	0,04	0,04	T
C18:3	0,73	0,74	P
C18:4	0,00	0,00	P
C20:0	0,14	0,14	S
C20:1	0,82	0,83	M
C20:2	0,54	0,54	P
C20:4	0,00	0,00	P
C20:5	0,00	0,00	P
C22:0	0,11	0,11	S
C22:1	0,41	0,41	M
C22:5	0,00	0,00	P
C22:6	0,00	0,00	P
C24:0	0,00	0,00	S
SOMA	99,20	100,00	

	Área corrigida (%; centésimas)
∑ Saturados	37,74
∑ Monoinsaturados	45,82
∑ Polinsaturados	15,96
Ác. Gordos:	99,52

% M.G.	7,70
---------------	-------------

	Teor em ácidos gordos
Saturados	2,9
Monoinsaturados	3,5
Polinsaturados	1,2

1.1.1. Exemplo de cálculo

Cálculo da área corrigida:

Para C18:1 → Área = 41,22

Logo:

$$\text{Área corrigida} = \frac{\text{Área} \times 100}{\sum \text{Áreas}} = \frac{41,22 \times 100}{99,20} = 41,55$$

Determinação do teor de ácidos gordos saturados (da mesma amostra):

M.G. – percentagem de matéria gorda obtida pelo método gravimétrico = 7,7 %

$$\text{Teor A.G. saturados} = \frac{\sum \text{A.G. saturados} \times \text{M.G.} \times 0,99}{100} = \frac{37,74 \times 7,7 \times 0,99}{100} = 2,9\%$$

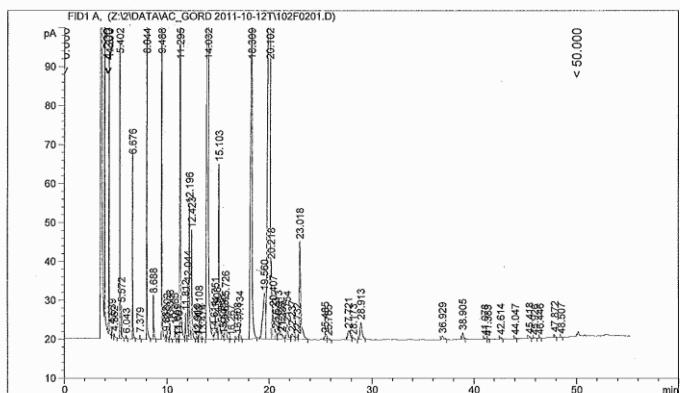
$$\text{Teor A.G. monoinsaturados} = \frac{\sum \text{A.G. monoinsaturados} \times \text{M.G.} \times 0,99}{100} = \frac{45,82 \times 7,7 \times 0,99}{100} = 3,5\%$$

$$\text{Teor A.G. polinsaturados} = \frac{\sum \text{A.G. polinsaturados} \times \text{M.G.} \times 0,99}{100} = \frac{15,96 \times 7,7 \times 0,99}{100} = 1,2\%$$

1.2. Queijo

Data File Z:\2\DATA\AC_GORD 2011-10-12T\102F0201.D
 Sample Name: 54790 Queijo

Acq. Operator : Seq. Line : 2
 Acq. Instrument : Instrument 2 Location : Vial 102
 Injection Date : 10/12/2011 6:51:12 PM Inj : 1
 Inj Volume : 0.6 µl
 Acq. Method : C:\CHEM32\2\METHODS\AC_GORDB.M
 Last changed : 8/6/2011 11:52:22 AM
 Analysis Method : C:\CHEM32\1\METHODS\AC_GORD.M
 Last changed : 10/13/2011 1:32:52 PM
 (modified after loading) (Current integration events modified)
 Sample Info : Coluna LGC; Equipamento 101B-1; 101B-2.



Area Percent Report

Sorted By : Signal
 Multiplier: : 1.0000
 Dilution: : 1.0000
 Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs

Signal 1: FID1 A,

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	4.377	BV	0.0287	233.92062	120.40300	2.16356
2	4.639	VB	0.0343	5.26938	2.33378	0.04874
3	4.862	BB	0.0385	1.92962	7.91270e-1	0.01785
4	5.402	BV	0.0338	167.07475	75.67656	1.54530
5	5.572	VB	0.0393	22.72536	8.46494	0.21019
6	6.043	BB	0.0492	2.17408	6.46795e-1	0.02011
7	6.676	BB	0.0351	108.75311	46.77063	1.00587
8	7.379	BB	0.0445	2.66442	9.00095e-1	0.02464

Instrument 1 10/13/2011 1:33:43 PM

Page 1 of 3

Data File Z:\2\DATA\AC_GORD 2011-10-12T\102F0201.D
 Sample Name: 54790 Queijo

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
9	8.044	BB	0.0346	255.23810	112.00849	2.36073
10	8.688	BB	0.0436	33.70461	11.04206	0.31174
11	9.488	BV	0.0370	321.05511	129.01521	2.96948
12	9.898	VV	0.0442	3.89857	1.33141	0.03606
13	10.002	VB	0.0472	10.52018	3.13027	0.09730
14	10.308	BB	0.0640	19.56700	4.07344	0.18098
15	10.765	BB	0.0459	10.09545	3.28233	0.09337
16	11.009	BV	0.0540	1.39688	3.87748e-1	0.01292
17	11.161	VV	0.0432	5.41007e-1	2.02576e-1	0.00500
18	11.295	VV	0.0521	1100.85388	319.93018	10.18195
19	11.812	VV	0.0561	25.25149	6.67466	0.23355
20	12.044	VV	0.0516	48.07231	14.15760	0.44463
21	12.196	VV	0.0528	119.83250	34.30379	1.10835
22	12.423	VB	0.0616	113.90759	27.93760	1.05355
23	12.910	BV	0.0531	1.64673	4.67282e-1	0.01523
24	13.008	VV	0.0447	5.79373e-1	1.94731e-1	0.00536
25	13.108	VB	0.0738	25.40667	5.12438	0.23499
26	13.474	BB	0.0726	1.62498	3.34729e-1	0.01503
27	14.032	BV	0.0964	3325.29175	438.68857	30.75608
28	14.614	VV	0.0784	6.86283	1.28292	0.06348
29	14.751	VV	0.0785	39.65978	7.40539	0.36682
30	14.908	VV	0.0815	26.10192	4.79828	0.24142
31	15.103	VV	0.0805	241.39946	45.05918	2.23274
32	15.352	VV	0.1010	15.02168	2.11077	0.13894
33	15.505	VV	0.0677	3.55131	7.71709e-1	0.03285
34	15.632	VV	0.0559	10.83446	2.87864	0.10021
35	15.726	VB	0.0976	59.61036	8.96045	0.55134
36	16.267	BB	0.0726	1.09095	2.42057e-1	0.01009
37	16.908	BV	0.1647	9.05371	7.72896e-1	0.08374
38	17.134	VB	0.0983	24.52910	3.75086	0.22687
39	18.309	BB	0.1393	966.52405	92.96865	8.93951
40	19.560	BV	0.2273	221.06679	11.76218	2.04468
41	20.102	VV	0.1634	2464.55713	192.42078	22.79503
42	20.218	VV	0.0820	112.47167	19.89133	1.04027
43	20.407	VV	0.1190	65.15480	7.67484	0.60263
44	20.633	VV	0.1279	17.38865	1.99143	0.16083
45	20.913	VV	0.1314	33.17273	3.81847	0.30682
46	21.134	VV	0.1235	11.13995	1.25553	0.10303
47	21.282	VV	0.1296	10.13855	1.05980	0.09377
48	21.754	VV	0.1599	39.40643	3.70963	0.36448
49	22.237	VV	0.1980	20.17674	1.29312	0.18662
50	22.732	VV	0.1572	7.84036	6.29873e-1	0.07252
51	23.018	VB	0.1543	271.52985	25.07948	2.51142
52	25.485	BV	0.1317	10.89001	1.07947	0.10072
53	25.785	VB	0.1506	4.02943	3.39260e-1	0.03727
54	27.721	BV	0.2192	37.80256	2.23686	0.34964
55	28.173	VB	0.1695	7.52217	5.43341e-1	0.06957
56	28.913	BB	0.1764	59.64376	4.33718	0.55165
57	36.929	BB	0.1904	13.80480	9.45075e-1	0.12768
58	38.905	BB	0.1331	15.14681	1.61948	0.14009
59	41.078	BB	0.1206	2.69049	3.12042e-1	0.02488
60	41.383	BB	0.0943	9.21646e-1	1.44737e-1	0.00852
61	42.614	BB	0.1167	3.28209	4.12905e-1	0.03036
62	44.047	BB	0.0927	2.11544	3.48928e-1	0.01957
63	45.418	BB	0.1046	3.77032	4.96528e-1	0.03487
64	45.926	BB	0.1181	1.57660	1.83675e-1	0.01458
65	46.446	BB	0.0879	1.39493	2.26481e-1	0.01290
66	47.872	BB	0.0938	4.97470	7.27540e-1	0.04601
67	48.507	BB	0.0741	9.74616e-1	2.02687e-1	0.00901

e10:0 2,34
 e11:0 0,31
 e12:0 2,97
 e14:0 10,18
 e15:0 0,23
 e15:0 0,50 0,44
 e14:1 1,11
 e15:0 1,05
 e16:0 30,76
 e17:0 0,93
 e17:0 0,50 0,24
 e16:1 2,23
 e17:0 0,55
 e17:1 0,23
 e18:0 8,54
 e18:1
 e18:1 25,10
 e18:2 0,62
 e18:2 2,54
 e20:0 0,11
 e18:3 0,35
 e20:1 0,05 0,02
 e1 A 0,55
 e22:0 0,13
 e22:1 0,14
 11.10.14
 10.11.14

Instrument 1 10/13/2011 1:33:43 PM

Page 2 of 3

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

Data File Z:\2\DATA\AC_GORD 2011-10-12T\102F0201.D
Sample Name: 54790 Queijo

Totals : 1.08118e4 1824.01858

*** End of Report ***

Instrument 1 10/13/2011 1:33:43 PM

Page 3 of 3

Figura 34 – Cromatograma relativo à amostra de queijo.

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

Tabela 25 - Resultados relativos à amostra de queijo com os respectivos teores em ácidos gordos saturados, monoinsaturados, polinsaturados e % matéria gorda obtida pelo método gravimétrico.

Ác. Gordos	Área (%)	Área corrigida (%; centésimas)	Grupo
C04:0	2,16	2,20	S
C06:0	1,55	1,58	S
C08:0	1,01	1,03	S
C10:0	2,36	2,40	S
C11:0	0,31	0,32	S
C12:0	2,97	3,02	S
C14:0	10,18	10,35	S
C15:0 iso	0,23	0,23	S
C15:0 aiso	0,44	0,45	S
C14:1	1,11	1,13	M
C15:0	1,05	1,07	S
C16:0	30,76	31,29	S
C17:0 iso	0,37	0,38	S
C17:0 aiso	0,24	0,24	S
C16:1	2,23	2,27	M
C17:0	0,55	0,56	S
C17:1	0,23	0,23	M
C18:0	8,94	9,09	S
C18:1T	2,04	2,08	T
C18:1	25,10	25,53	M
C18:2T	0,62	0,63	T
C18:2	2,51	2,55	P
C18:2 (C9,T11)	0,55	0,56	T
C18:2 (T10,C12)	0,00	0,00	T
C18:3T	0,00	0,00	T
C18:3	0,35	0,36	P
C18:4	0,00	0,00	P
C20:0	0,11	0,11	S
C20:1	0,07	0,07	M
C20:2	0,00	0,00	P
C20:4	0,00	0,00	P
C20:5	0,00	0,00	P
C22:0	0,13	0,13	S
C22:1	0,14	0,14	M
C22:5	0,00	0,00	P
C22:6	0,00	0,00	P
C24:0	0,00	0,00	S
SOMA	98,31	100,00	

	Área corrigida (%; centésimas)
∑ Saturados	64,45
∑ Monoinsaturados	29,38
∑ Polinsaturados	2,91
Ác. Gordos:	96,73

% M.G.	25,25
---------------	--------------

	Teor em ácidos gordos
Saturados	16,11
Monoinsaturados	7,34
Polinsaturados	0,73

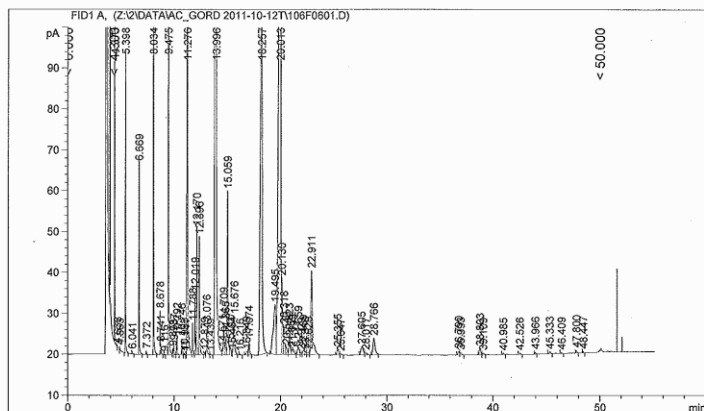
1.3. Leite gordo

Data File Z:\2\DATA\AC_GORD 2011-10-12T\106F0601.D
 Sample Name: 55039 Leite gordo

```

=====
Acq. Operator   :                               Seq. Line :    6
Acq. Instrument : Instrument 2                   Location  : Vial 106
Injection Date  : 10/12/2011 10:58:34 PM       Inj       :    1
                                                Inj Volume: 0.6 µl

Acq. Method    : C:\CHEM32\2\METHODS\AC_GORDB.M
Last changed   : 8/6/2011 11:52:22 AM
Analysis Method: C:\CHEM32\1\METHODS\AC_GORD.M
Last changed   : 10/13/2011 1:34:04 PM
                (modified after loading) (Current integration events modified)
Sample Info    : Coluna 1GC; Equipamento 101B-1; 101B-2.
    
```



Area Percent Report

```

Sorted By      : Signal
Multiplier:    : 1.0000
Dilution:      : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
    
```

Signal 1: FID1 A,

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	4.373	BV	0.0311	213.52000	107.73695	1.98895
2	4.638	VV	0.0185	1.793224e-1	2.46091e-1	0.00167
3	4.863	VB	0.0341	1.28003	6.20420e-1	0.01192
4	5.398	BB	0.0340	163.59949	73.50089	1.52394
5	6.041	BB	0.0548	2.24308	5.58943e-1	0.02089
6	6.669	BB	0.0352	108.78381	46.67132	1.01333
7	7.372	BB	0.0458	2.50738	8.16794e-1	0.02336
8	8.034	BB	0.0346	265.73831	116.76763	2.47537

Instrument 1 10/13/2011 1:34:18 PM

Page 1 of 3

Data File Z:\2\DATA\AC_GORD 2011-10-12T\106F0601.D
 Sample Name: 55039 Leite gordo

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
9	8.678	BV	0.0346	24.24644	10.62733	0.22586
10	8.741	VB	0.0458	8.07200	2.49030	0.07519
11	9.116	BB	0.0420	3.03533e-1	1.10572e-1	0.00283
12	9.475	BV	0.0367	340.21689	138.35123	3.16914
13	9.873	VV	0.0421	4.37910	1.49635	0.04079
14	9.987	VB	0.0481	10.18935	2.96635	0.09491
15	10.292	BB	0.0642	19.26609	4.14464	0.17946
16	10.746	BB	0.0447	11.84752	3.98806	0.11036
17	10.993	BV	0.0549	1.48025	4.02984e-1	0.01379
18	11.141	VV	0.0422	5.63714e-1	2.04042e-1	0.00525
19	11.276	VV	0.0526	1171.85474	336.80521	10.91589
20	11.788	VV	0.0555	29.00651	7.78300	0.27020
21	12.019	VV	0.0513	51.40914	15.28014	0.47888
22	12.170	VV	0.0503	107.08414	31.00534	0.99749
23	12.396	VB	0.0593	117.13028	28.91003	1.09107
24	12.879	BV	0.0611	2.60578	6.18720e-1	0.02427
25	13.076	VB	0.0757	31.54363	6.16334	0.29383
26	13.439	BB	0.0780	1.67528	3.15177e-1	0.01561
27	13.996	BV	0.0982	3356.29419	443.92297	31.26405
28	14.571	VV	0.0748	6.49958	1.28877	0.06054
29	14.709	VV	0.0788	41.14154	7.89159	0.38324
30	14.865	VV	0.0812	23.98993	4.42871	0.22347
31	15.059	VV	0.0799	212.10094	39.97156	1.97573
32	15.307	VV	0.1030	12.25207	1.72298	0.11413
33	15.464	VV	0.0674	2.90656	6.59174e-1	0.02707
34	15.676	VB	0.1036	68.60854	9.35299	0.63909
35	16.216	BB	0.0807	1.36004	2.61432e-1	0.01267
36	16.849	BV	0.1616	9.02133	7.87919e-1	0.08403
37	17.074	VB	0.0951	21.83898	3.39476	0.20343
38	18.257	BB	0.1380	1113.10303	104.75196	10.36861
39	19.495	BV	0.2239	215.68141	12.10501	2.00908
40	20.013	VV	0.1592	2284.06299	186.07286	21.27616
41	20.130	VV	0.0820	105.15333	18.58770	0.97951
42	20.318	VV	0.1173	58.11063	6.82899	0.54130
43	20.543	VV	0.1152	14.64540	1.75793	0.13642
44	20.823	VV	0.1244	32.70855	3.87884	0.30468
45	21.039	VV	0.1133	9.49652	1.13923	0.08846
46	21.193	VV	0.1353	11.18950	1.15235	0.10423
47	21.659	VV	0.1368	30.01669	3.21732	0.27961
48	21.929	VV	0.1098	3.25420	4.13564e-1	0.03031
49	22.139	VV	0.1474	10.51975	1.06329	0.09799
50	22.310	VV	0.1041	6.00765	7.14733e-1	0.05596
51	22.626	VV	0.1604	6.92693	5.83803e-1	0.06452
52	22.911	VB	0.1594	220.34029	20.50086	2.05248
53	25.355	BV	0.1573	14.15371	1.40782	0.13184
54	25.647	VB	0.1440	3.42781	3.07589e-1	0.03193
55	27.605	BV	0.2261	33.06257	1.94706	0.30798
56	28.017	VB	0.1872	7.34864	5.31730e-1	0.06845
57	28.766	BB	0.1910	54.24515	3.97955	0.50530
58	36.790	BV	0.1301	8.40139	8.89912e-1	0.07826
59	36.993	VB	0.1347	6.52699	5.91748e-1	0.06080
60	38.803	BV	0.1536	15.51988	1.48877	0.14457
61	39.109	VB	0.1382	4.09440	3.84667e-1	0.03814
62	40.985	BB	0.1225	2.81141	3.47068e-1	0.02619
63	42.526	BB	0.1166	3.03810	3.82680e-1	0.02830
64	43.966	BB	0.0918	2.96725	4.95680e-1	0.02764
65	45.333	BB	0.1254	4.21225	4.66215e-1	0.03924
66	46.409	BB	0.0867	1.43959	2.24715e-1	0.01341
67	47.800	BB	0.1023	4.48837	6.69128e-1	0.04181
68	48.447	BB	0.0756	1.62092	3.28387e-1	0.01510

23.43
0.53

Instrument 1 10/13/2011 1:34:18 PM

Page 2 of 3

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

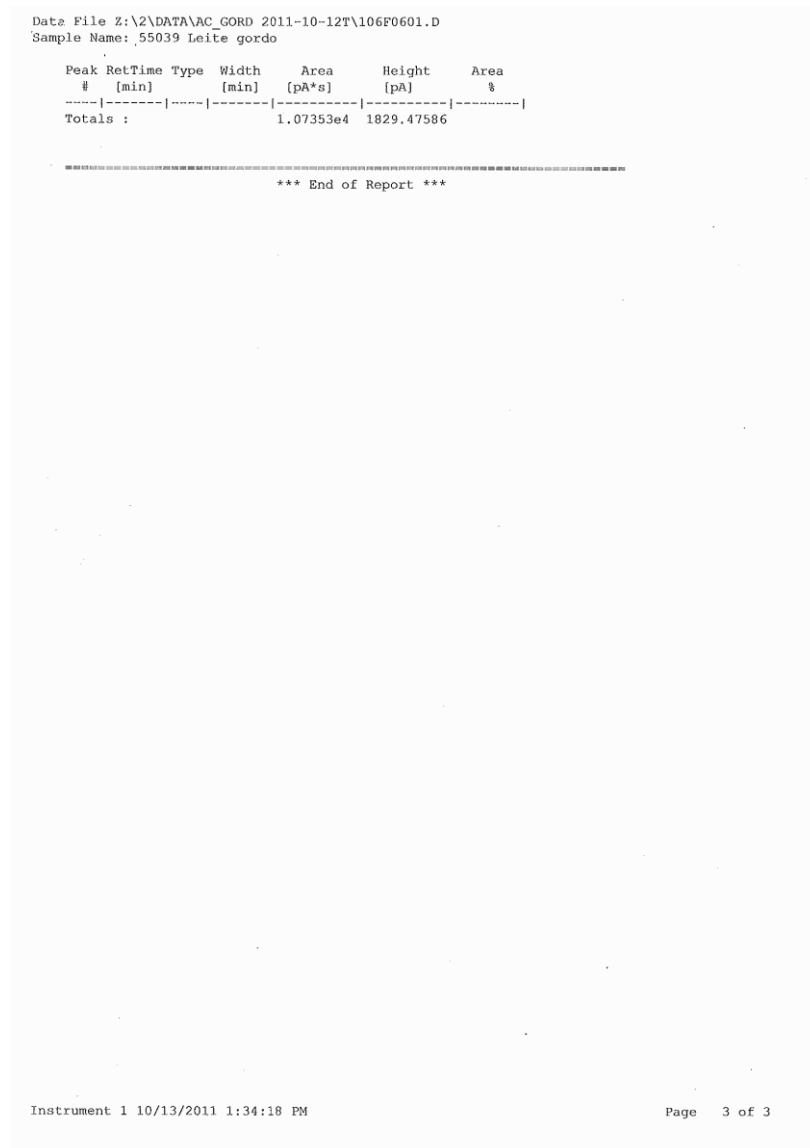


Figura 35 – Cromatograma relativo à amostra de leite gordo.

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

Tabela 26 - Resultados relativos à amostra de leite gordo com os respectivos teores em ácidos gordos saturados, monoinsaturados, polinsaturados e % matéria gorda obtida pelo método gravimétrico.

Ác. Gordos	Área (%)	Área corrigida (%; centésimas)	Grupo
C04:0	1,99	2,02	S
C06:0	1,52	1,54	S
C08:0	1,01	1,03	S
C10:0	2,48	2,52	S
C11:0	0,23	0,23	S
C12:0	3,17	3,22	S
C14:0	10,92	11,09	S
C15:0 iso	0,27	0,27	S
C15:0 aiso	0,48	0,49	S
C14:1	1,00	1,02	M
C15:0	1,09	1,11	S
C16:0	31,26	31,75	S
C17:0 iso	0,38	0,39	S
C17:0 aiso	0,22	0,22	S
C16:1	1,98	2,01	M
C17:0	0,64	0,65	S
C17:1	0,20	0,20	M
C18:0	10,37	10,53	S
C18:1T	2,01	2,04	T
C18:1	23,43	23,80	M
C18:2T	0,53	0,54	T
C18:2	2,05	2,08	P
C18:2 (C9,T11)	0,51	0,52	T
C18:2 (T10,C12)	0,00	0,00	T
C18:3T	0,00	0,00	T
C18:3	0,31	0,31	P
C18:4	0,00	0,00	P
C20:0	0,13	0,13	S
C20:1	0,07	0,07	M
C20:2	0,00	0,00	P
C20:4	0,00	0,00	P
C20:5	0,00	0,00	P
C22:0	0,06	0,06	S
C22:1	0,14	0,14	M
C22:5	0,00	0,00	P
C22:6	0,00	0,00	P
C24:0	0,00	0,00	S
SOMA	98,45	100,00	

	Área corrigida (%; centésimas)
Σ Saturados	67,26
Σ Monoinsaturados	27,24
Σ Polinsaturados	2,40
Ác. Gordos:	96,90

% M.G.	3,40
---------------	-------------

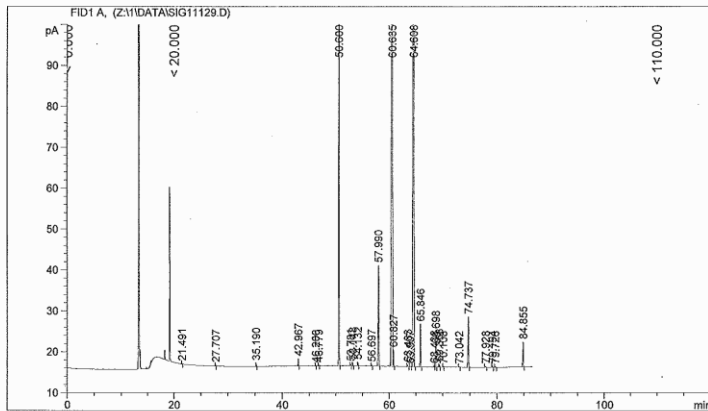
	Teor em ácidos gordos
Saturados	2,26
Monoinsaturados	0,92
Polinsaturados	0,08

1.4. Amendoim com piri-piri

Data File Z:\1\DATA\SIG11129.D
Sample Name: 55843

```

=====
Acq. Operator   :
Acq. Instrument : Instrument 1           Location : Vial 1
Injection Date  : 10/18/2011 5:03:25 PM Inj       : 1
                                           Inj Volume : Manually
Acq. Method    : C:\CHEM32\1\METHODS\AOAC.M
Last changed   : 10/18/2011 4:58:01 PM
                (modified after loading)
Analysis Method: C:\CHEM32\1\METHODS\AC_GORD.M
Last changed   : 10/18/2011 8:04:41 PM
                (modified after loading) (Current integration events modified)
Sample Info    : Amendoim
                Coluna 7GA
                Equipamento 101A
                Coluna 1GB
                Equipamento 101 A
    
```



Area Percent Report

```

Sorted By      : Signal
Multiplier:    : 1.0000
Dilution:      : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
    
```

Signal 1: FID1 A,

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	21.491	BB	0.0743	5.80144e-1	1.20211e-1	0.01071
2	27.707	BB	0.0743	1.30511	2.52345e-1	0.02409
3	35.190	BB	0.0817	4.09099	7.73572e-1	0.07553

Instrument 1 10/18/2011 8:05:17 PM

Page 1 of 2

Data File Z:\1\DATA\SIG11129.D
Sample Name: 55843

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
4	42.967	BB	0.0834	9.14371	1.73627	0.16881
5	46.200	BB	0.0843	5.75645e-1	1.01257e-1	0.01063
6	46.779	BB	0.0795	1.04830	1.98722e-1	0.01935
7	50.600	BB	0.1140	659.88757	89.55362	12.18254
8	52.781	BB	0.0907	2.23904	4.03786e-1	0.04134
9	53.148	BB	0.0894	4.44300	7.69619e-1	0.08202
10	54.132	BB	0.0929	4.80898	8.14334e-1	0.08878
11	56.697	BB	0.0926	1.99022	3.19631e-1	0.03674
12	57.990	BB	0.1268	216.55122	24.58222	3.99787
13	60.635	BV	0.1677	2189.27271	177.74028	40.41733
14	60.827	VB	0.0882	22.55860	3.97783	0.41647
15	63.483	BB	0.1219	3.59812	4.47139e-1	0.06643
16	63.907	BB	0.1094	1.44071	1.65729e-1	0.02660
17	64.608	BB	0.1566	2020.39270	177.79199	37.29954
18	65.846	BB	0.1105	74.08775	10.48287	1.36777
19	68.438	BV	0.1029	1.94850	2.81139e-1	0.03597
20	68.698	VB	0.1040	34.24425	5.11880	0.63220
21	69.358	BB	0.1073	4.48949	6.60795e-1	0.08288
22	70.108	BB	0.0911	9.37477e-1	1.49652e-1	0.01731
23	73.042	BB	0.0958	1.01314	1.34683e-1	0.01870
24	74.737	BB	0.1239	103.52526	12.33765	1.91123
25	77.928	BB	0.1094	1.79205	2.23948e-1	0.03308
26	79.194	BB	0.0971	2.27424	2.84875e-1	0.04199
27	79.726	BB	0.1068	1.66823	1.97022e-1	0.03080
28	84.855	BB	0.1138	46.76143	6.07616	0.86329

Totals : 5416.66859 515.69616

*** End of Report ***

Instrument 1 10/18/2011 8:05:17 PM

Page 2 of 2

Figura 36 – Cromatograma relativo à amostra de amendoim com piri-piri.

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

Tabela 27 - Resultados relativos à amostra de amendoim com piri-piri com os respectivos teores em ácidos gordos saturados, monoinsaturados, polinsaturados e % matéria gorda obtida pelo método gravimétrico.

Ác. Gordos	Área (%)	Área corrigida (%; centésimas)	Grupo
C04:0	0,00	0,00	S
C06:0	0,00	0,00	S
C08:0	0,00	0,00	S
C10:0	0,00	0,00	S
C11:0	0,00	0,00	S
C12:0	0,08	0,08	S
C14:0	0,17	0,17	S
C15:0 iso	0,00	0,00	S
C15:0 aiso	0,00	0,00	S
C14:1	0,00	0,00	M
C15:0	0,00	0,00	S
C16:0	12,18	12,22	S
C17:0 iso	0,00	0,00	S
C17:0 aiso	0,00	0,00	S
C16:1	0,12	0,12	M
C17:0	0,09	0,09	S
C17:1	0,00	0,00	M
C18:0	4,00	4,01	S
C18:1T	0,00	0,00	T
C18:1	40,83	40,95	M
C18:2T	0,09	0,09	T
C18:2	37,30	37,41	P
C18:2 (C9,T11)	0,00	0,00	T
C18:2 (T10,C12)	0,00	0,00	T
C18:3T	0,00	0,00	T
C18:3	0,08	0,08	P
C18:4	0,00	0,00	P
C20:0	1,37	1,37	S
C20:1	0,63	0,63	M
C20:2	0,00	0,00	P
C20:4	0,00	0,00	P
C20:5	0,00	0,00	P
C22:0	1,91	1,92	S
C22:1	0,00	0,00	M
C22:5	0,00	0,00	P
C22:6	0,00	0,00	P
C24:0	0,86	0,86	S
SOMA	99,71	100,00	

	Área corrigida (%; centésimas)
∑ Saturados	20,72
∑ Monoinsaturados	41,70
∑ Polinsaturados	37,49
Ác. Gordos:	99,91

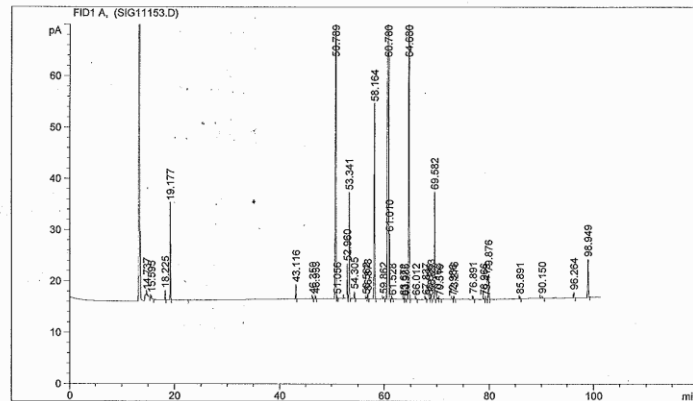
% M.G.	51,10
---------------	--------------

	Teor em ácidos gordos
Saturados	10,5
Monoinsaturados	21,1
Polinsaturados	19,0

1.5. Ovos com ómega 3

Data File C:\CHEM32\1\DATA\SIG11153.D
 Sample Name: 56637

Acq. Operator :
 Acq. Instrument : Instrument 1 Location : Vial 1
 Injection Date : 10/24/2011 1:43:52 PM Inj : 1
 Inj Volume : Manually
 Acq. Method : C:\CHEM32\1\METHODS\AOAC.M
 Last changed : 10/24/2011 1:39:07 PM
 (modified after loading)
 Analysis Method : C:\CHEM32\1\METHODS\AOAC.M
 Last changed : 10/24/2011 3:25:09 PM
 (modified after loading)
 Sample Info : Ovos Ómega 3
 Coluna 7GA
 Equipamento 101A
 Coluna 1GB
 Equipamento 101 A



Area Percent Report

Sorted By : Signal
 Multiplier: : 1.0000
 Dilution: : 1.0000
 Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs

Signal 1: FID1 A,

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	14.737	BB	0.1451	5.48491	5.28612e-1	0.12204
2	15.595	BB	0.0603	1.79658	5.77941e-1	0.03998
3	18.225	BB	0.0845	9.27986	1.79002	0.20648

Instrument 1 10/24/2011 3:25:09 PM

Page 1 of 2

S = 31,47
 T = 46,57
 P = 21,30

Data File C:\CHEM32\1\DATA\SIG11153.D
 Sample Name: 56637

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
4	19.177	BB	0.0956	109.15593	18.83201	2.42880
5	43.116	BB	0.0900	14.65174	2.75734	0.32601
6	46.350	BB	0.0900	2.47145	4.36593e-1	0.05499
7	46.933	BB	0.0876	2.62542	4.81693e-1	0.05842
8	50.789	BV	0.1297	1008.11340	120.37547	22.43128
9	51.056	BV	0.0886	1.94884	3.52062e-1	0.04336
10	52.960	BV	0.0937	40.31395	6.74751	0.89702
11	53.341	BV	0.0962	120.48858	20.59734	2.68096
12	54.305	BB	0.0959	7.78469	1.33702	0.17322
13	56.562	BB	0.1448	3.40019	3.39751e-1	0.07566
14	56.878	BB	0.1005	6.50732	1.04660	0.14479
15	58.164	BB	0.1353	335.93024	37.94261	7.47470
16	59.862	BB	0.1754	5.39020	4.64611e-1	0.11994
17	60.780	BV	0.1789	1772.61938	153.29182	39.44211
18	61.010	BV	0.0972	74.89597	12.62670	1.66649
19	61.528	BB	0.1012	1.38449	2.20700e-1	0.03081
20	63.672	BV	0.1235	1.73036	2.20545e-1	0.03850
21	63.985	BV	0.1279	1.65604	1.93492e-1	0.03685
22	64.680	BB	0.1346	654.70789	77.44090	14.56774
23	66.012	BB	0.1119	1.86898	2.72771e-1	0.04159
24	67.837	BB	0.1354	3.52042	3.97298e-1	0.04833
25	68.636	BV	0.1253	1.67247	2.09025e-1	0.03721
26	68.893	BV	0.1106	7.32295	1.08733	0.16294
27	69.582	BB	0.1100	146.45284	20.84114	3.25863
28	70.163	BB	0.1223	2.33937	3.02229e-1	0.05205
29	70.516	BB	0.1082	9.62152e-1	1.39974e-1	0.02141
30	72.986	BV	0.1163	1.05781	1.46438e-1	0.02354
31	73.276	BV	0.1149	4.12148	5.80276e-1	0.09171
32	76.891	BB	0.1323	5.18467	6.28281e-1	0.11536
33	78.966	BB	0.1349	2.59395	3.06104e-1	0.05772
34	79.413	BB	0.1313	1.72118	2.02169e-1	0.03830
35	79.876	BB	0.1388	43.00465	4.87943	0.95689
36	85.891	BB	0.1318	3.21312	3.91284e-1	0.07149
37	90.150	BB	0.2298	5.64512	3.46995e-1	0.12561
38	96.264	BB	0.1480	9.50394	1.02666	0.21147
39	98.949	BB	0.1534	71.70798	7.37705	1.59556

Totals : 4494.23052 497.73578

*** End of Report ***

Handwritten notes on the right side of the chromatogram table:
 3,58
 41,14
 908
 C20:1
 C19:3 n3
 C20:2 n4 ✓
 C20:3 n4 ✓
 C20:3 n3 ✓
 C20:4 n6 ✓
 C20:5 ✓
 C22:6 ✓
 C20:3 = 3,33
 C20:3 = 0,17
 C19:4

Instrument 1 10/24/2011 3:25:09 PM

Page 2 of 2

Figura 37 – Cromatograma relativo à amostra de ovos com ómega 3.

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

Tabela 28 – Resultados relativos à amostra de ovos com ómega 3 com os respectivos teores em ácidos gordos saturados, monoinsaturados, polinsaturados e % matéria gorda obtida pelo método gravimétrico.

Ác. Gordos	Área (%)	Área corrigida (%; centésimas)	Grupo
C04:0	0,00	0,00	S
C06:0	0,00	0,00	S
C08:0	0,00	0,00	S
C10:0	0,00	0,00	S
C11:0	0,00	0,00	S
C12:0	0,00	0,00	S
C14:0	0,33	0,34	S
C15:0 iso	0,00	0,00	S
C15:0 aiso	0,00	0,00	S
C14:1	0,05	0,05	M
C15:0	0,06	0,06	S
C16:0	22,43	23,18	S
C17:0 iso	0,00	0,00	S
C17:0 aiso	0,00	0,00	S
C16:1	3,58	3,70	M
C17:0	0,17	0,18	S
C17:1	0,14	0,14	M
C18:0	7,47	7,72	S
C18:1T	0,12	0,12	T
C18:1	41,14	42,51	M
C18:2T	0,08	0,08	T
C18:2	14,57	15,05	P
C18:2 (C9,T11)	0,05	0,05	T
C18:2 (T10,C12)	0,00	0,00	T
C18:3T	0,00	0,00	T
C18:3	3,33	3,44	P
C18:4	0,17	0,18	P
C20:0	0,00	0,00	S
C20:1	0,16	0,17	M
C20:2	0,09	0,09	P
C20:4	0,96	0,99	P
C20:5	0,07	0,07	P
C22:0	0,00	0,00	S
C22:1	0,00	0,00	M
C22:5	0,21	0,22	P
C22:6	1,60	1,65	P
C24:0	0,00	0,00	S
SOMA	96,78	100,00	

	Área corrigida (%; centésimas)
∑ Saturados	31,47
∑ Monoinsaturados	46,57
∑ Polinsaturados	21,70
Ác. Gordos:	99,74

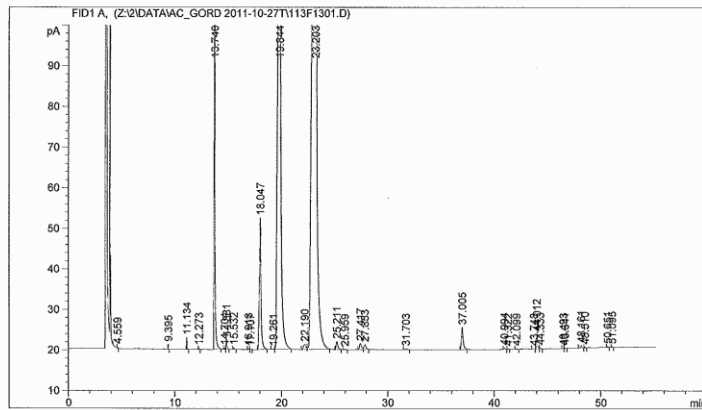
% M.G.	8,80
---------------	-------------

	Teor em ácidos gordos
Saturados	2,7
Monoinsaturados	4,1
Polinsaturados	1,9

1.6. Óleo de girassol

Data File Z:\2\DATA\AC_GORD 2011-10-27T\113F1301.D
 Sample Name: 57757 Óleo girassol

Acq. Operator : Seq. Line : 13
 Acq. Instrument : Instrument 2 Location : Vial 113
 Injection Date : 10/28/2011 5:49:53 AM Inj : 1
 Inj Volume : 0.6 µl
 Acq. Method : C:\CHRM32\2\METHODS\AC_GORDB.M
 Last changed : 8/6/2011 11:52:22 AM
 Analysis Method : C:\CHRM32\1\METHODS\AC_GORD.M
 Last changed : 10/28/2011 8:53:22 AM
 (modified after loading)
 Sample Info : Coluna 1GC; Equipamento 101B-1; 101B-2.



Area Percent Report

Sorted By : Signal
 Multiplier: : 1.0000
 Dilution: : 1.0000
 Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs

Signal 1: FID1 A,

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	4.559	BB	0.0305	6.07850e-1	3.15535e-1	0.00581
2	9.395	BB	0.0361	2.65864	1.18804	0.02541
3	11.134	VB	0.0446	8.59520	2.90050	0.08215
4	12.273	BB	0.0510	1.31749	3.93703e-1	0.01259
5	13.740	BB	0.0732	672.83221	132.48470	6.43079
6	14.704	BV	0.0686	1.50001	3.46077e-1	0.01434
7	14.881	VB	0.0770	12.73471	2.52013	0.12172
8	15.532	BB	0.0978	2.91776	4.49097e-1	0.02789

Instrument 1 10/28/2011 8:54:14 AM

Page 1 of 2

Data File Z:\2\DATA\AC_GORD 2011-10-27T\113F1301.D
 Sample Name: 57757 Óleo girassol

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
9	16.918	BV	0.0947	2.19974	3.34803e-1	0.02102
10	17.107	VB	0.0875	8.92786e-1	1.34458e-1	0.00853
11	18.047	BB	0.1477	338.75104	32.46383	3.23771
12	19.261	BV	0.1562	1.93183	1.48086e-1	0.01846
13	19.844	VB	0.1982	3013.61841	193.00453	28.80355
14	22.190	BV	0.2104	20.91632	1.26808	0.19991
15	23.203	VB	0.2730	6208.37988	281.84055	59.33842
16	25.211	BB	0.1577	22.61777	2.00426	0.21618
17	25.959	BB	0.1463	1.61760	1.34558e-1	0.01546
18	27.417	BV	0.1910	20.68522	1.53743	0.19771
19	27.853	VB	0.1824	16.08040	1.16966	0.15369
20	31.703	BB	0.1828	3.72442	2.45803e-1	0.03560
21	37.005	BB	0.1493	62.15079	5.44037	0.59402
22	40.994	BB	0.1189	3.21494	3.71556e-1	0.03073
23	41.322	BB	0.0857	1.11559	1.63353e-1	0.01066
24	42.099	BB	0.1119	1.64825	1.81571e-1	0.01575
25	43.748	BV	0.1136	1.24533	1.40283e-1	0.01190
26	44.012	VV	0.0996	24.39876	3.67012	0.23320
27	44.333	VB	0.1025	2.14392	2.70415e-1	0.02049
28	46.493	BV	0.0801	7.70454e-1	1.28298e-1	0.00736
29	46.641	VB	0.1077	1.73413	2.36030e-1	0.01657
30	48.161	BB	0.1246	5.74987	6.41565e-1	0.05496
31	48.510	BB	0.0830	1.17920	2.18218e-1	0.01127
32	50.651	BB	0.1161	2.00540	2.16499e-1	0.01917
33	51.095	BB	0.0633	7.28530e-1	1.59350e-1	0.00696

Totals : 1.04627e4 666.72146

*** End of Report ***

Instrument 1 10/28/2011 8:54:14 AM

Page 2 of 2

Figura 38 – Cromatograma relativo à amostra de óleo de girassol.

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

Tabela 29 - Resultados relativos à amostra de óleo de girassol com os respectivos teores em ácidos gordos saturados, monoinsaturados, polinsaturados e % matéria gorda obtida pelo método gravimétrico.

Ác. Gordos	Área (%)	Área corrigida (%; centésimas)	Grupo
C04:0	0,00	0,00	S
C06:0	0,00	0,00	S
C08:0	0,00	0,00	S
C10:0	0,00	0,00	S
C11:0	0,00	0,00	S
C12:0	0,00	0,00	S
C14:0	0,08	0,08	S
C15:0 iso	0,00	0,00	S
C15:0 aiso	0,00	0,00	S
C14:1	0,00	0,00	M
C15:0	0,00	0,00	S
C16:0	6,43	6,45	S
C17:0 iso	0,00	0,00	S
C17:0 aiso	0,00	0,00	S
C16:1	0,14	0,14	M
C17:0	0,00	0,00	S
C17:1	0,00	0,00	M
C18:0	3,24	3,25	S
C18:1T	0,02	0,02	T
C18:1	28,80	28,90	M
C18:2T	0,20	0,20	T
C18:2	59,34	59,54	P
C18:2 (C9,T11)	0,00	0,00	T
C18:2 (T10,C12)	0,00	0,00	T
C18:3T	0,02	0,02	T
C18:3	0,20	0,20	P
C18:4	0,00	0,00	P
C20:0	0,22	0,22	S
C20:1	0,15	0,15	M
C20:2	0,00	0,00	P
C20:4	0,00	0,00	P
C20:5	0,00	0,00	P
C22:0	0,59	0,59	S
C22:1	0,00	0,00	M
C22:5	0,00	0,00	P
C22:6	0,00	0,00	P
C24:0	0,23	0,23	S
SOMA	99,66	100,00	

	Área corrigida (%; centésimas)
∑ Saturados	10,83
∑ Monoinsaturados	29,19
∑ Polinsaturados	59,74
Ác. Gordos:	99,76

% M.G.	---
---------------	-----

	Teor em ácidos gordos
Saturados	---
Monoinsaturados	---
Polinsaturados	---

2. Resultados do método novo

2.1. Queijo

Data File C:\CHEM32\1\DATA\SIG11192.D
Sample Name: 54790

Data File C:\CHEM32\1\DATA\SIG11192.D
Sample Name: 54790

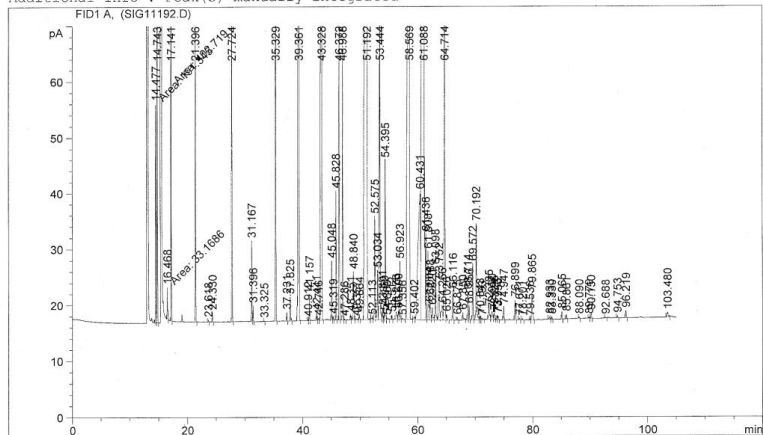
```
=====
Acq. Operator   :                               Location : Vial 1
Acq. Instrument : Instrument 1                  Inj       : 1
Injection Date  : 11/4/2011 4:57:37 PM        Inj Volume: Manually

Acq. Method    : C:\CHEM32\1\METHODS\AOAC.M
Last changed   : 11/4/2011 4:54:06 PM
                (modified after loading)
Analysis Method: C:\CHEM32\1\METHODS\AOAC.M
Last changed   : 11/5/2011 1:36:23 PM
                (modified after loading)

Sample Info    : queijo
                Coluna 7GA
                Equipamento 101A
                Coluna 1GB
                Equipamento 101 A
=====
```

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
3	16.468	MM	0.0985	33.16861	5.61012	0.10964
4	17.141	MM	0.0741	402.71948	90.61697	1.33117
5	21.396	BB	0.0815	281.89841	57.20275	0.93180
6	23.618	BB	0.0951	2.06343	3.58812e-1	0.00682
7	24.330	BB	0.0837	8.45546	1.65291	0.02795
8	27.724	BB	0.0872	670.76288	123.73492	2.21717
9	31.167	BV	0.0906	77.05618	14.37181	0.25471
10	31.396	VB	0.0863	15.33304	2.87193	0.05068
11	33.325	BB	0.0895	7.89335e-1	1.40527e-1	0.00261
12	35.329	BB	0.1026	846.98969	132.52187	2.79968
13	37.231	BB	0.0922	8.49464	1.54268	0.02808
14	37.825	BB	0.0950	25.95551	4.26745	0.08579
15	39.361	BB	0.1372	2319.56006	257.18619	7.66718
16	40.912	BV	0.1024	1.56188	2.44829e-1	0.00516
17	41.157	VB	0.0882	26.53763	4.82533	0.08772
18	42.441	BV	0.1083	8.86861	1.35638	0.02931
19	42.746	VV	0.0917	2.22514	3.83249e-1	0.00736
20	43.328	VB	0.1589	2896.66479	266.32935	9.57477
21	45.048	BV	0.0944	59.78238	10.50852	0.19761
22	45.319	VB	0.0891	3.37787	6.04994e-1	0.01117
23	45.828	BB	0.0894	129.20639	23.03846	0.42708
24	46.372	BB	0.0922	305.74844	52.27417	1.01064
25	46.988	BV	0.0995	296.17499	48.32902	0.97899
26	47.286	VB	0.1010	1.24420	1.88630e-1	0.00411
27	48.351	BV	0.0930	5.79263	1.03988	0.01915
28	48.840	VB	0.1258	68.92088	8.57403	0.22781
29	49.357	BB	0.2507	3.21664	1.85158e-1	0.01063
30	49.864	BB	0.1100	6.57568	9.35102e-1	0.02174
31	51.192	BB	0.2754	8688.00488	430.66949	28.71774
32	52.113	BV	0.2020	5.19503	3.56469e-1	0.01717
33	52.575	VV	0.0991	118.14196	18.35190	0.39051
34	53.034	VV	0.1149	65.26252	8.76172	0.21572
35	53.444	VV	0.1263	625.04376	74.17872	2.06605
36	53.891	VV	0.0945	12.48397	2.06695	0.04127
37	54.169	VV	0.0976	6.65668	1.11539	0.02200
38	54.395	VV	0.1013	178.93950	28.46176	0.59147
39	54.669	VB	0.1657	3.64424	3.00064e-1	0.01205
40	55.512	BB	0.0979	5.18901	8.65541e-1	0.01715
41	56.276	BV	0.2035	16.34233	1.32825	0.05402
42	56.609	VV	0.1561	15.40515	1.44839	0.05092
43	56.923	VB	0.1016	64.88424	10.28828	0.21447
44	57.356	BB	0.0375	2.12261e-1	2.60325e-1	0.00070
45	58.569	BB	0.2580	2652.02319	134.49593	8.76612
46	59.402	BV	0.2000	6.41089	4.45250e-1	0.02119
47	60.431	VV	0.3614	652.33148	22.82471	2.15625
48	61.088	VV	0.2838	6255.65088	304.31863	20.67772
49	61.436	VV	0.0970	90.01811	15.22417	0.29755
50	61.808	VV	0.1320	108.80146	12.20636	0.35964
51	62.004	VV	0.1043	19.90742	2.75554	0.06580
52	62.188	VV	0.1266	34.14078	4.04072	0.11285
53	62.520	VV	0.1506	22.62339	2.22552	0.07478
54	63.098	VB	0.1197	74.35802	9.45773	0.24579
55	63.752	BV	0.1876	90.53426	6.96921	0.29926
56	64.266	VV	0.2585	46.40615	2.62221	0.15339
57	64.714	VV	0.1397	660.96790	74.33680	2.18479
58	65.026	VB	0.1304	8.70602	1.03231	0.02878
59	66.116	BB	0.1160	37.76746	5.24767	0.12484
60	66.875	BB	0.1304	4.64716	5.29430e-1	0.01536
61	67.850	BB	0.1562	14.39023	1.35204	0.04757
62	68.714	BV	0.1150	37.36753	5.00872	0.12352

Additional Info : Peak(s) manually integrated



Area Percent Report

```
Sorted By      :      Signal
Multiplier:    :      1.0000
Dilution:      :      1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
```

Signal 1: FID1 A,

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	14.477	MM	0.0812	191.34528	39.26974	0.63248
2	14.743	BB	0.0778	446.28061	96.73787	1.47516

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

File C:\CHEM32\1\DATA\SIG11192.D
 Name: 54790

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %	
63	68.956	VB	0.1057	16.72895	2.51164	0.05530	C20:1
64	69.572	BB	0.1158	72.02249	10.02977	0.23807	C18:3n3
65	70.192	BV	0.1272	145.31798	17.08929	0.48034	C21:0
66	70.843	VV	0.1170	4.71386	6.46844e-1	0.01558	
67	71.193	VB	0.1695	2.42592	2.49466e-1	0.00802	
68	72.385	BV	0.1727	26.04895	2.15972	0.08610	
69	72.920	VV	0.2119	21.43857	1.45502	0.07086	
70	73.296	VB	0.1415	10.55843	1.16779	0.03490	
71	73.743	BV	0.1288	5.86040	7.06373e-1	0.01937	
72	73.956	VB	0.1180	5.10392	6.92126e-1	0.01687	
73	74.947	BB	0.1283	19.68185	2.38414	0.06506	C22:0
74	76.899	BB	0.1303	28.78161	3.56252	0.09514	C20:3n6
75	77.671	BB	0.1418	2.81653	3.10682e-1	0.00931	
76	78.201	BB	0.1287	2.06980	2.60466e-1	0.00684	
77	79.536	BV	0.1229	2.07310	2.66069e-1	0.00685	
78	79.865	VB	0.1567	51.70798	4.99952	0.17092	C20:4n6
79	82.933	BV	0.1603	5.09561	4.63463e-1	0.01684	
80	83.330	VB	0.1236	3.10182	3.95216e-1	0.01025	
81	85.065	BB	0.1147	9.62871	1.35873	0.03183	
82	85.861	BB	0.1316	6.60954	8.06976e-1	0.02185	
83	88.090	BB	0.1278	2.32148	2.82819e-1	0.00767	
84	89.779	BV	0.1301	2.05217	2.43945e-1	0.00678	
85	90.150	VB	0.1382	8.87797	1.01357	0.02935	
86	92.688	BB	0.1272	1.06687	1.36420e-1	0.00353	
87	94.753	BB	0.1393	3.68088	4.15675e-1	0.01217	
88	96.219	BB	0.1448	12.01147	1.28834	0.03970	
89	103.480	BB	0.2300	12.07373	8.09465e-1	0.03991	
Totals :				3.02531e4	2486.15589		

=====
 *** End of Report ***

Figura 39 – Cromatograma relativo à amostra de queijo

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

Tabela 30 - Resultados calculados para posterior cálculo dos ácidos gordos saturados, monoinsaturados, polinsaturados e da matéria gorda da amostra de queijo.

Queijo	Área (%)	Área corrigida (%)	Ri	WFAMEi	ftGi	WTGi	fAGi	WTGi	Grupo
C4:0	1,4752	1,656	0,680	3,4642	0,9868	3,4184	0,8627	2,9885	S
C6:0	1,3312	1,495	0,827	2,5695	0,9897	2,5431	0,8923	2,2928	S
C8:0	0,9318	1,046	0,932	1,5964	0,9915	1,5829	0,9029	1,4414	S
C10:0	2,2172	2,489	0,990	3,5783	0,9928	3,5526	0,9114	3,2613	S
C11:0	0,0507	0,057	1,000	0,0809	0,9933	0,0804	0,9247	0,0748	S
C12:0	2,7997	3,143	1,005	4,4490	0,9937	4,4210	0,93	4,1376	S
C13:0	7,6672		1,000	12,2451		0,0000		0,0000	S
C14:0	9,5748	10,750	0,988	15,4843	0,9945	15,3992	0,9421	14,5878	S
C14:1	1,0106	1,135	0,969	1,6658	0,9944	1,6564	0,9417	1,5687	M
C15:0	0,9790	1,099	0,961	1,6275	0,9948	1,6191	0,9453	1,5385	S
C15:1	0,0000	0,000	0,952	0,0000	0,9947	0,0000	0,9449	0,0000	M
C16:0	28,7177	32,244	0,938	48,8896	0,995	48,6452	0,9481	46,3522	S
C16:1	2,2818	2,562	0,858	4,2497	0,995	4,2285	0,9477	4,0275	M
C17:0	0,5915	0,664	0,877	1,0773	0,9953	1,0722	0,9507	1,0242	S
C17:1	0,2145	0,241	0,894	0,3833	0,9952	0,3815	0,9503	0,3643	M
C18:0	8,7661	9,842	0,843	16,6019	0,9955	16,5272	0,953	15,8217	S
C18:1n9t	2,1774	2,445	0,826	4,2097	0,9955	4,1907	0,9527	4,0105	T
C18:1n9c	21,8883	24,576	0,888	39,3559	0,9955	39,1788	0,9527	37,4944	M
C18:2n6t	0,6984	0,784	0,824	1,3530	0,9954	1,3468	0,9524	1,2886	T
C18:2n6c	2,1848	2,453	0,878	3,9753	0,9954	3,9570	0,9524	3,7860	P
C20:0	0,1248	0,140	0,760	0,2622	0,9959	0,2612	0,957	0,2510	S
C18:3n3	0,2381	0,267	0,853	0,4456	0,9954	0,4435	0,952	0,4242	P
C21:0	0,4803	0,539	0,729	1,0530	0,9961	1,0489	0,9588	1,0096	S
C20:2	0,0000	0,000	0,764	0,0000	0,9958	0,0000	0,9565	0,0000	P
C22:0	0,0651	0,073	0,707	0,1470	0,9962	0,1464	0,9565	0,1406	S
C20:3n6	0,0951	0,107	0,767	0,1981	0,9958	0,1973	0,9562	0,1894	P
C22:1n9	0,0000	0,000	0,700	0,0000	0,9962	0,0000	0,9602	0,0000	M
C20:3n3	0,0000	0,000	0,674	0,0000	0,9958	0,0000	0,9562	0,0000	P
C20:4n6	0,1709	0,192	0,761	0,3585	0,9958	0,3570	0,956	0,3428	P
C23:0	0,0000	0,000	0,650	0,0000	0,9964	0,0000	0,962	0,0000	S
C22:2	0,0000	0,000	0,697	0,0000	0,9962	0,0000	0,96	0,0000	P
C24:0	0,0000	0,000	0,671	0,0000	0,9965	0,0000	0,9963	0,0000	S
C20:5	0,0000	0,000	0,749	0,0000	0,9958	0,0000	0,9557	0,0000	P
C24:1	0,0000	0,000	0,670	0,0000	0,9965	0,0000	0,9632	0,0000	M
C22:6n3	0,0000	0,000	0,509	0,0000	0,9961	0,0000	0,959	0,0000	P
Σ	89,0650	100,000				139,8177			

Ácidos Gordos: S – Saturados; M – Monoinsaturados; P – Polinsaturados; T – *trans*; Ri: Factor de resposta individual; WFAMEi: quantidade de cada FAME na amostra; ftGi: factor de conversão individual de um FAME para um triglicérido; WTGi: quantidade de cada triglicérido na amostra; fAGi: factor de conversão individual de um FAME para o ácido gordo correspondente; WAGi: quantidade de cada ácido gordo.

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

Para a amostra de queijo, depois de efectuado o tratamento necessário, com uma massa de 0,6317 g obtiveram-se os seguintes resultados:

Tabela 31 – Resultados obtidos para a amostra de queijo por aplicação do método novo.

	Método Novo	Método corrente	% erro
Teor em ácidos gordos saturados (g/ 100 g)	15,03	16,11	6,70
Teor em ácidos gordos monoinsaturados (g/ 100 g)	7,06	7,34	3,81
Teor em ácidos gordos polinsaturados (g/ 100 g)	0,75	0,73	-2,74
% matéria gorda	22,3	25,25	11,60

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

2.2. Leite gordo

Data File C:\CHEM32\1\DATA\SIG11194.D
Sample Name: 55039

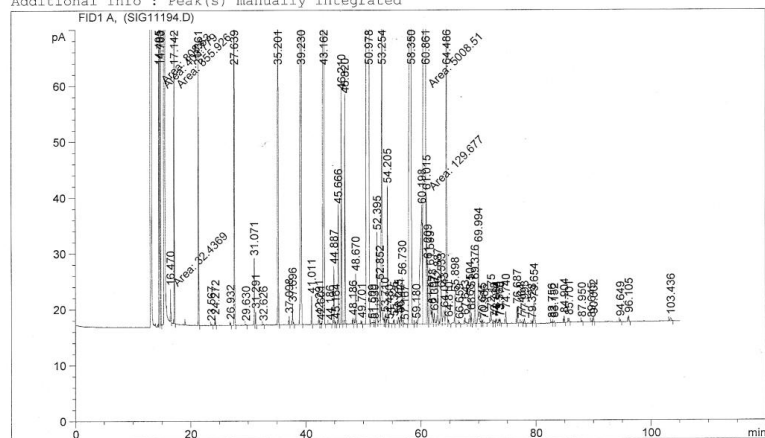
Data File C:\CHEM32\1\DATA\SIG11194.D
Sample Name: 55039

```
=====
Acq. Operator   :
Acq. Instrument : Instrument 1           Location : Vial 1
Injection Date  : 11/5/2011 8:06:21 AM Inj : 1
                                           Inj Volume : Manually

Acq. Method     : C:\CHEM32\1\METHODS\AOAC.M
Last changed    : 11/5/2011 8:03:10 AM
                 (modified after loading)
Analysis Method : C:\CHEM32\1\METHODS\AOAC.M
Last changed    : 11/5/2011 1:31:04 PM
                 (modified after loading)
Sample Info     : Leite gordo
                 Coluna 7GA
                 Equipamento 101A
                 Coluna 1GB
                 Equipamento 101 A
=====
```

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
3	16.470	MM	0.0944	32.43685	5.72547	0.12182
4	17.142	MM	0.0732	355.92557	81.02161	1.33667
5	21.361	BB	0.0816	247.29630	50.10984	0.92872
6	23.567	BB	0.1275	2.49519	2.92675e-1	0.00937
7	24.272	BB	0.0877	7.03677	1.37605	0.02642
8	26.932	BB	0.0934	3.10374	5.21421e-1	0.01166
9	27.639	BB	0.0879	598.89990	109.34462	2.24916
10	29.630	BB	0.0989	1.30726	2.15076e-1	0.00491
11	31.071	BV	0.0905	63.50203	11.85545	0.23848
12	31.291	VB	0.0861	12.81284	2.40576	0.04812
13	32.626	BB	0.1095	1.29411	1.85216e-1	0.00486
14	35.201	BB	0.0950	754.37909	123.94083	2.83306
15	37.098	BB	0.0935	8.48090	1.51023	0.03185
16	37.696	BB	0.0965	21.58811	3.47421	0.08107
17	39.230	BB	0.1407	2427.18433	260.57040	9.11525
18	41.011	BB	0.0878	27.24825	4.98560	0.10233
19	42.291	BV	0.1082	7.82590	1.19790	0.02939
20	42.601	VV	0.0847	1.47948	2.84250e-1	0.00556
21	43.162	VB	0.1515	2553.95825	249.28319	9.59134
22	44.186	BB	0.1575	2.88200	2.51813e-1	0.01082
23	44.887	BV	0.0933	57.23135	10.23102	0.21493
24	45.164	VB	0.0921	2.60229	4.73889e-1	0.00977
25	45.666	BB	0.0893	117.99572	21.06808	0.44313
26	46.210	BB	0.0950	238.53476	41.52218	0.89581
27	46.820	BB	0.0984	246.21559	40.80488	0.92466
28	48.186	BB	0.0901	5.92169	1.04481	0.02224
29	48.670	BB	0.1191	66.80484	8.95117	0.25088
30	49.701	BB	0.0922	3.10311	5.63699e-1	0.01165
31	50.978	BV	0.2516	7208.37061	383.00256	27.07091
32	51.509	VV	0.2786	7.70667	3.47706e-1	0.02894
33	51.930	VV	0.1231	2.78455	3.41625e-1	0.01046
34	52.395	VV	0.0974	102.43602	16.27238	0.38470
35	52.852	VV	0.1102	54.21663	7.33434	0.20361
36	53.254	VV	0.1253	486.09689	58.28407	1.82553
37	53.710	VV	0.1000	9.35245	1.51564	0.03512
38	54.205	VV	0.1017	155.49323	24.62921	0.58395
39	54.480	VB	0.1550	3.35734	2.99086e-1	0.01261
40	55.325	BB	0.0981	5.13190	8.54524e-1	0.01927
41	56.075	BV	0.1781	13.14493	1.21648	0.04937
42	56.421	VV	0.1376	13.76379	1.46525	0.05169
43	56.730	VB	0.1004	50.69195	8.17310	0.19037
44	57.167	BB	0.0372	1.64689e-1	2.08613e-1	0.00062
45	58.350	BB	0.2479	2416.14331	130.54184	9.07378
46	59.180	BV	0.1645	4.41015	3.88312e-1	0.01656
47	60.198	VV	0.3306	537.24689	20.98912	2.01762
48	60.861	MF	0.3000	5008.51123	278.29086	18.80937
49	61.015	FM	0.0919	129.67651	23.50507	0.48700
50	61.209	VV	0.0971	65.90089	11.11873	0.24749
51	61.599	VV	0.1447	102.42918	9.90273	0.38467
52	61.978	VV	0.1258	25.44917	3.03509	0.09557
53	62.307	VV	0.1434	18.10909	1.89596	0.06801
54	62.887	VB	0.1213	54.01408	6.75772	0.20285
55	63.533	BV	0.1714	70.92884	5.93493	0.26637
56	64.043	VV	0.2361	38.70505	2.40004	0.14536
57	64.486	VV	0.1348	485.22791	57.31405	1.82226
58	64.810	VB	0.1180	5.37902	7.29933e-1	0.02020
59	65.898	BB	0.1091	35.56757	5.11395	0.13357
60	66.659	BB	0.1420	3.66389	3.88626e-1	0.01376
61	67.643	BB	0.1569	11.63345	1.08628	0.04369
62	68.504	BV	0.1186	32.52224	4.38098	0.12214

Additional Info : Peak(s) manually integrated



Area Percent Report

Sorted By : Signal
Multiplier: : 1.0000
Dilution: : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs

Signal 1: FID1 A,

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	14.495	MF	0.0786	808.52997	171.47156	3.03642
2	14.763	FM	0.0751	403.77942	89.62629	1.51639

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

C:\CHEM32\1\DATA\SIG11194.D
Name: 55039

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %	
63	68.751	VB	0.1051	12.90493	1.95321	0.04846	C20:1
64	69.376	BB	0.1167	53.47281	7.36686	0.20082	C19:3ns
65	69.994	BV	0.1299	117.62042	14.01633	0.44172	C18:0
66	70.645	VV	0.1090	3.56463	5.13718e-1	0.01339	
67	70.986	VB	0.1742	2.22852	2.19913e-1	0.00837	
68	72.175	BB	0.1597	21.74739	1.98649	0.08167	
69	72.718	BV	0.1493	5.17731	5.52709e-1	0.01944	
70	73.091	VB	0.1378	7.95166	8.76672e-1	0.02986	
71	73.569	BV	0.1209	5.56859	6.99234e-1	0.02091	
72	73.776	VB	0.1153	5.12678	6.85199e-1	0.01925	
73	74.740	BB	0.1340	17.55780	2.09036	0.06594	C22:0
74	76.687	BB	0.1303	23.50383	2.90815	0.08827	C20:3ns
75	77.464	BB	0.1539	3.07158	3.03963e-1	0.01154	
76	77.993	BB	0.1280	6.66685	8.45701e-1	0.02504	
77	79.328	BV	0.1316	3.28639	4.01045e-1	0.01234	
78	79.654	VB	0.1566	42.00669	4.06375	0.15776	C20:4ns
79	82.756	BV	0.1482	3.38301	3.39703e-1	0.01270	
80	83.152	VB	0.1265	3.19588	3.94372e-1	0.01200	
81	84.904	BB	0.1154	8.16441	1.14219	0.03066	
82	85.701	BB	0.1505	7.18359	7.32264e-1	0.02698	
83	87.950	BB	0.1177	2.41256	3.28621e-1	0.00906	
84	89.645	BV	0.1249	1.87253	2.25488e-1	0.00703	
85	90.002	VB	0.1369	7.46551	8.63591e-1	0.02804	
86	94.649	BB	0.1342	3.57102	4.24088e-1	0.01341	
87	96.105	BB	0.1509	9.91360	1.04280	0.03723	
88	103.436	BB	0.2460	9.03731	5.43424e-1	0.03394	
Totals :				2.66277e4	2407.54785		

*** End of Report ***

Figura 40 - Cromatograma relativo à amostra de leite gordo.

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

Tabela 32 - Resultados calculados para posterior cálculo dos ácidos gordos saturados, monoinsaturados, polinsaturados e da matéria gorda da amostra de leite gordo.

Leite gordo	Área (%)	Área corrigida (%)	Ri	WFAMEi	ftGi	WTGi	fAGi	WTGi	Grupo
C4:0	1,5164	1,786	0,680	2,9953	0,9868	2,9557	0,8627	2,5840	S
C6:0	1,3367	1,574	0,827	2,1703	0,9897	2,1479	0,8923	1,9365	S
C8:0	0,9287	1,094	0,932	1,3384	0,9915	1,3270	0,9029	1,2084	S
C10:0	2,2492	2,648	0,990	3,0533	0,9928	3,0313	0,9114	2,7828	S
C11:0	0,0481	0,057	1,000	0,0646	0,9933	0,0642	0,9247	0,0597	S
C12:0	2,8331	3,336	1,005	3,7869	0,9937	3,7630	0,93	3,5218	S
C13:0	9,1153		1,000	12,2451		0,0000		0,0000	S
C14:0	9,5913	11,294	0,988	13,0470	0,9945	12,9752	0,9421	12,2916	S
C14:1	0,8958	1,055	0,969	1,2419	0,9944	1,2350	0,9417	1,1695	M
C15:0	0,9247	1,089	0,961	1,2930	0,9948	1,2863	0,9453	1,2223	S
C15:1	0,0000	0,000	0,952	0,0000	0,9947	0,0000	0,9449	0,0000	M
C16:0	27,0709	31,877	0,938	38,7647	0,995	38,5709	0,9481	36,7528	S
C16:1	2,0291	2,389	0,858	3,1788	0,995	3,1629	0,9477	3,0126	M
C17:0	0,5840	0,688	0,877	0,8946	0,9953	0,8904	0,9507	0,8505	S
C17:1	0,1904	0,224	0,894	0,2862	0,9952	0,2848	0,9503	0,2720	M
C18:0	9,0738	10,685	0,843	14,4546	0,9955	14,3896	0,953	13,7753	S
C18:1n9t	2,0342	2,395	0,826	3,3079	0,9955	3,2930	0,9527	3,1515	T
C18:1n9c	20,0921	23,659	0,888	30,3872	0,9955	30,2504	0,9527	28,9498	M
C18:2n6t	0,6146	0,724	0,824	1,0014	0,9954	0,9968	0,9524	0,9538	T
C18:2n6c	1,8223	2,146	0,878	2,7889	0,9954	2,7761	0,9524	2,6562	P
C20:0	0,1336	0,157	0,760	0,2360	0,9959	0,2350	0,957	0,2258	S
C18:3n3	0,2008	0,236	0,853	0,3161	0,9954	0,3147	0,952	0,3010	P
C21:0	0,4417	0,520	0,729	0,8145	0,9961	0,8113	0,9588	0,7809	S
C20:2	0,0000	0,000	0,764	0,0000	0,9958	0,0000	0,9565	0,0000	P
C22:0	0,0659	0,078	0,707	0,1253	0,9962	0,1248	0,9565	0,1198	S
C20:3n6	0,0883	0,104	0,767	0,1546	0,9958	0,1539	0,9562	0,1478	P
C22:1n9	0,0000	0,000	0,700	0,0000	0,9962	0,0000	0,9602	0,0000	M
C20:3n3	0,0000	0,000	0,674	0,0000	0,9958	0,0000	0,9562	0,0000	P
C20:4n6	0,1578	0,186	0,761	0,2784	0,9958	0,2772	0,956	0,2661	P
C23:0	0,0000	0,000	0,650	0,0000	0,9964	0,0000	0,962	0,0000	S
C22:2	0,0000	0,000	0,697	0,0000	0,9962	0,0000	0,96	0,0000	P
C24:0	0,0000	0,000	0,671	0,0000	0,9965	0,0000	0,9963	0,0000	S
C20:5	0,0000	0,000	0,749	0,0000	0,9958	0,0000	0,9557	0,0000	P
C24:1	0,0000	0,000	0,670	0,0000	0,9965	0,0000	0,9632	0,0000	M
C22:6n3	0,0000	0,000	0,509	0,0000	0,9961	0,0000	0,959	0,0000	P
Σ	84,9233	100,000				111,7430			

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

Para a amostra de leite gordo, depois de efectuado o tratamento necessário, com uma massa de 3,6185 g obtiveram-se os seguintes resultados:

Tabela 33 - Resultados obtidos para a amostra de leite gordo por aplicação do método novo.

	Método Novo	Método corrente	% erro
Teor em ácidos gordos saturados (g/ 100 g)	2,16	2,26	4,42
Teor em ácidos gordos monoinsaturados (g/ 100 g)	0,93	0,92	-1,09
Teor em ácidos gordos polinsaturados (g/ 100 g)	0,09	0,08	-12,50
% matéria gorda	3,09	3,40	9,12

2.3. Amendoim com piri-piri

Data File C:\CHEM32\1\DATA\SIG11196.D
Sample Name: 55843

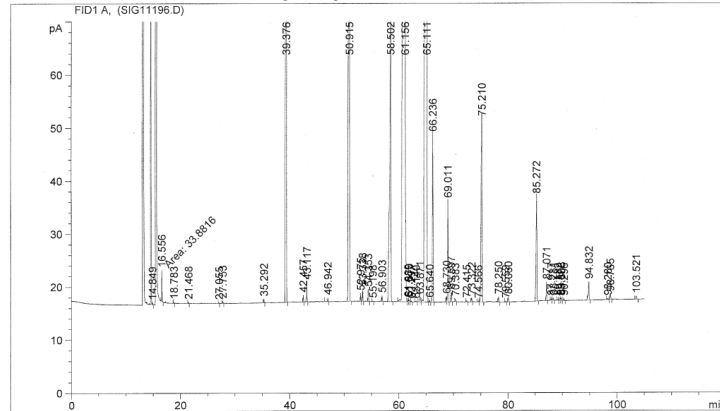
Data File C:\CHEM32\1\DATA\SIG11196.D
Sample Name: 55843

```

=====
Acq. Operator   :
Acq. Instrument : Instrument 1           Location : Vial 1
Injection Date  : 11/5/2011 11:46:02 AM Inj      : 1
                                           Inj Volume : Manually

Acq. Method    : C:\CHEM32\1\METHODS\AOAC.M
Last changed   : 11/5/2011 11:41:59 AM
                (modified after loading)
Analysis Method : C:\CHEM32\1\METHODS\AOAC.M
Last changed   : 11/5/2011 1:31:04 PM
                (modified after loading)
Sample Info    : Amendoim com piri-piri
                Coluna 7GA
                Equipamento 101A
                Coluna 1GB
                Equipamento 101 A
    
```

Additional Info : Peak(s) manually integrated



Area Percent Report

```

Sorted By      : Signal
Multiplier:    : 1.0000
Dilution:      : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
    
```

Signal 1: FID1 A,

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	14.849	BB	0.0866	2.10986	3.92090e-1	0.00929
2	16.556	MM	0.0983	33.88159	5.74685	0.14923

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
3	18.783	BB	0.0756	1.03151	2.33235e-1	0.00454
4	21.468	BB	0.0840	1.30345	2.53437e-1	0.00574
5	27.055	BB	0.0891	9.01442e-1	1.52240e-1	0.00397
6	27.753	BB	0.1087	2.98392	4.10845e-1	0.01314
7	35.292	BB	0.0876	3.67011	6.72837e-1	0.01616
8	39.376	BB	0.1365	2223.61572	248.35139	9.79379
9	42.457	BB	0.1030	8.22762	1.27956	0.03624
10	43.117	BB	0.0862	19.55504	3.67027	0.08613
11	46.942	BB	0.1066	5.09429	7.19413e-1	0.02244
12	50.915	BB	0.1845	2452.62231	203.71027	10.80243
13	52.975	BB	0.0906	8.44862	1.47953	0.03721
14	53.338	BB	0.0958	13.98978	2.40762	0.06162
15	54.353	BB	0.1216	17.21219	2.24238	0.07581
16	55.198	BB	0.1135	9.96215e-1	1.35964e-1	0.00439
17	56.903	BB	0.1086	7.34921	1.06381	0.03237
18	58.502	BB	0.2071	807.29205	53.80114	3.55567
19	61.156	BV	0.3039	8397.28418	371.23355	36.98535
20	61.689	VV	0.1081	2.42146	3.52512e-1	0.01067
21	61.870	VB	0.1261	3.53818	4.20722e-1	0.01558
22	62.297	BB	0.1178	1.34175	1.74379e-1	0.00591
23	63.140	BB	0.1488	1.48542	1.59289e-1	0.00654
24	63.871	BV	0.2363	13.87018	9.85163e-1	0.06109
25	65.111	VV	0.2644	7411.91553	385.31177	32.64535
26	65.640	VB	0.1141	2.52046	3.58072e-1	0.01110
27	66.236	BB	0.1440	293.12854	31.65247	1.29107
28	68.730	BV	0.1170	7.74418	1.06254	0.03411
29	69.011	VB	0.1159	137.69351	19.14987	0.60646
30	69.597	BB	0.1141	13.19757	1.87513	0.05813
31	70.383	BB	0.1147	3.89849	5.24606e-1	0.01717
32	72.415	BB	0.1309	2.28225	2.69314e-1	0.01005
33	73.322	BB	0.1331	6.15981	7.39734e-1	0.02713
34	74.566	BV	0.1647	1.88940	1.82558e-1	0.00832
35	75.210	VB	0.1990	447.12088	34.54475	1.96932
36	78.250	BB	0.1294	7.55449	9.44054e-1	0.03327
37	79.552	BB	0.1337	1.80878	2.16044e-1	0.00797
38	80.060	BB	0.1294	7.25651	9.06083e-1	0.03196
39	85.272	BB	0.1756	222.76453	19.74334	0.98115
40	87.071	BB	0.1323	28.64291	3.46929	0.12616
41	87.917	VB	0.1225	2.46463	3.17597e-1	0.01086
42	88.281	VB	0.1650	4.91439	4.44555e-1	0.02165
43	89.182	VB	0.1265	2.52809	3.25818e-1	0.01113
44	89.572	VB	0.1356	3.42215	4.00710e-1	0.01507
45	89.803	VV	0.1256	3.89003	4.84916e-1	0.01713
46	90.296	BB	0.1441	3.17929	3.43058e-1	0.01400
47	94.832	BB	0.1618	36.97689	3.42997	0.16286
48	98.280	BB	0.1579	2.39730	2.37295e-1	0.01056
49	98.765	BB	0.1703	10.89011	9.75311e-1	0.04796
50	103.521	BB	0.2077	7.88457	6.06246e-1	0.03473

Totals : 2.27044e4 1408.56360

*** End of Report ***

Figura 41 – Cromatograma relativo à amostra de amendoim com piri-piri.

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

Tabela 34- Resultados calculados para posterior cálculo dos ácidos gordos saturados, monoinsaturados, poliinsaturados e da matéria gorda da amostra de amendoim.

Amendoim	Área (%)	Área corrigida (%)	Ri	WFAMEi	ftGi	WTGi	fAGi	WTGi	Grupo
C4:0	0,0000	0,000	0,680	0,0000	0,9868	0,0000	0,8627	0,0000	S
C6:0	0,0000	0,000	0,827	0,0000	0,9897	0,0000	0,8923	0,0000	S
C8:0	0,0000	0,000	0,932	0,0000	0,9915	0,0000	0,9029	0,0000	S
C10:0	0,0000	0,000	0,990	0,0000	0,9928	0,0000	0,9114	0,0000	S
C11:0	0,0000	0,000	1,000	0,0000	0,9933	0,0000	0,9247	0,0000	S
C12:0	0,0000	0,000	1,005	0,0000	0,9937	0,0000	0,93	0,0000	S
C13:0	9,7938		1,000	12,2451		0,0000		0,0000	S
C14:0	0,0861	0,099	0,988	0,1090	0,9945	0,1084	0,9421	0,1027	S
C14:1	0,0000	0,000	0,969	0,0000	0,9944	0,0000	0,9417	0,0000	M
C15:0	0,0000	0,000	0,961	0,0000	0,9948	0,0000	0,9453	0,0000	S
C15:1	0,0000	0,000	0,952	0,0000	0,9947	0,0000	0,9449	0,0000	M
C16:0	10,8024	12,462	0,938	14,3970	0,995	14,3250	0,9481	13,6498	S
C16:1	0,0988	0,114	0,858	0,1441	0,995	0,1434	0,9477	0,1366	M
C17:0	0,0758	0,087	0,877	0,1081	0,9953	0,1076	0,9507	0,1028	S
C17:1	0,0000	0,000	0,894	0,0000	0,9952	0,0000	0,9503	0,0000	M
C18:0	3,5557	4,102	0,843	5,2718	0,9955	5,2481	0,953	5,0240	S
C18:1n9t	0,0000	0,000	0,826	0,0000	0,9955	0,0000	0,9527	0,0000	T
C18:1n9c	37,0175	42,706	0,888	52,1062	0,9955	51,8717	0,9527	49,6416	M
C18:2n6t	0,0676	0,078	0,824	0,1026	0,9954	0,1021	0,9524	0,0977	T
C18:2n6c	32,6454	37,662	0,878	46,5010	0,9954	46,2871	0,9524	44,2875	P
C20:0	1,2911	1,489	0,760	2,1231	0,9959	2,1143	0,957	2,0318	S
C18:3n3	0,0581	0,067	0,853	0,0852	0,9954	0,0848	0,952	0,0811	P
C21:0	0,0000	0,000	0,729	0,0000	0,9961	0,0000	0,9588	0,0000	S
C20:2	0,0000	0,000	0,764	0,0000	0,9958	0,0000	0,9565	0,0000	P
C22:0	0,0000	0,000	0,707	0,0000	0,9962	0,0000	0,9565	0,0000	S
C20:3n6	0,0000	0,000	0,767	0,0000	0,9958	0,0000	0,9562	0,0000	P
C22:1n9	0,0000	0,000	0,700	0,0000	0,9962	0,0000	0,9602	0,0000	M
C20:3n3	0,0000	0,000	0,674	0,0000	0,9958	0,0000	0,9562	0,0000	P
C20:4n6	0,0000	0,000	0,761	0,0000	0,9958	0,0000	0,956	0,0000	P
C23:0	0,0000	0,000	0,650	0,0000	0,9964	0,0000	0,962	0,0000	S
C22:2	0,0000	0,000	0,697	0,0000	0,9962	0,0000	0,96	0,0000	P
C24:0	0,9812	1,132	0,671	1,8275	0,9965	1,8211	0,9963	1,8207	S
C20:5	0,0000	0,000	0,749	0,0000	0,9958	0,0000	0,9557	0,0000	P
C24:1	0,0000	0,000	0,670	0,0000	0,9965	0,0000	0,9632	0,0000	M
C22:6n3	0,0000	0,000	0,509	0,0000	0,9961	0,0000	0,959	0,0000	P
Σ	86,6797	100,000				122,2136			

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

Para a amostra de amendoim com piri-piri, depois de efectuado o tratamento necessário, com uma massa de 0,2553 g obtiveram-se os seguintes resultados:

Tabela 35 - Resultados obtidos para a amostra de amendoim com piri-piri por aplicação do método novo.

	Método Novo	Método corrente	% erro
Teor em ácidos gordos saturados (g/ 100 g)	8,9	10,5	4,
Teor em ácidos gordos monoinsaturados (g/ 100 g)	19,9	21,1	-1,09
Teor em ácidos gordos polinsaturados (g/ 100 g)	17,4	19,0	-12,50
% matéria gorda	48,3	51,1	9,12

2.4. Ovos com ómega 3

Data File C:\CHEM32\1\DATA\SIG11191.D
Sample Name: 56637

Data File C:\CHEM32\1\DATA\SIG11191.D
Sample Name: 56637

```

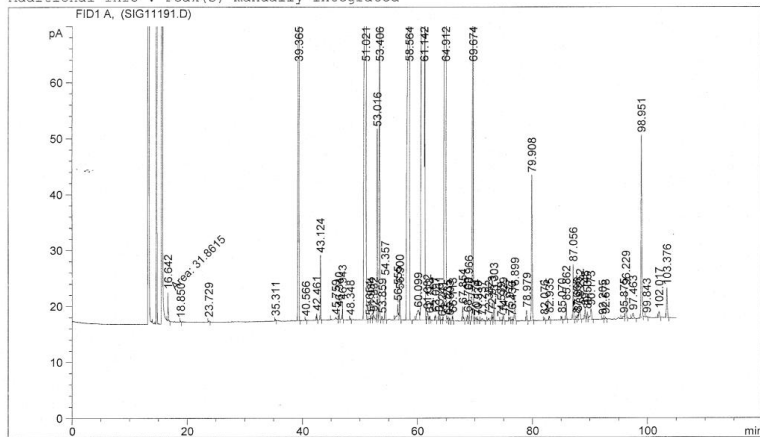
=====
Acq. Operator   :
Acq. Instrument : Instrument 1           Location : Vial 1
Injection Date  : 11/4/2011 3:09:03 PM Inj       : 1
                                           Inj Volume: Manually

Acq. Method    : C:\CHEM32\1\METHODS\AOAC.M
Last changed   : 11/4/2011 3:03:56 PM
                (modified after loading)
Analysis Method: C:\CHEM32\1\METHODS\AOAC.M
Last changed   : 11/4/2011 4:54:06 PM
                (modified after loading)

Sample Info    : ovos
                Coluna 7GA
                Equipamento 101A
                Coluna 1GB
                Equipamento 101 A
    
```

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
3	23.729	BB	0.1117	2.20035	3.06804e-1	0.00939
4	35.311	BB	0.0968	2.12926	3.41456e-1	0.00909
5	39.365	BB	0.1303	1884.50085	223.71555	8.04084 C18:0
6	40.566	BB	0.0889	1.28127	2.45555e-1	0.00547
7	42.461	BB	0.1007	7.03022	1.12873	0.03000
8	43.124	BB	0.0866	61.24201	11.40649	0.26131 C14:0
9	45.759	BV	0.2649	7.71106	3.79826e-1	0.03290
10	46.340	VB	0.0927	9.61300	1.73302	0.04102 C14:1
11	46.943	BB	0.0913	16.12424	2.97103	0.06880
12	48.348	BB	0.0914	1.87007	3.23525e-1	0.00798
13	51.021	BV	0.2189	4535.22852	295.71265	19.35103 C16:0
14	51.654	VV	0.1997	3.58713	2.43779e-1	0.01531
15	51.934	VV	0.1316	7.34740	7.96487e-1	0.03135
16	52.332	VB	0.2302	14.48583	9.27768e-1	0.06181
17	53.016	VB	0.0974	201.77272	33.93843	0.86093 C16:1
18	53.406	VB	0.1030	437.13190	68.04047	1.86517 C16:1
19	53.859	BB	0.1018	4.00481	6.33245e-1	0.01709
20	54.357	BB	0.1154	52.60058	7.35434	0.22444 C17:0
21	56.555	BV	0.2042	42.29229	2.79981	0.18045
22	56.900	VB	0.1073	33.07692	4.86858	0.14113 C17:1
23	58.564	BB	0.2540	2089.51074	109.82864	8.91558 C18:0
24	60.099	BV	0.3949	50.26986	1.71050	0.21449 C18:1t
25	61.142	VV	0.2913	8249.33594	365.55649	35.19847 C18:1
26	61.682	VV	0.1627	17.23539	1.45023	0.07354
27	62.123	VB	0.1313	6.47617	7.61260e-1	0.02763
28	63.097	BB	0.1174	7.10271	9.70675e-1	0.03031 C18:2t
29	63.761	BB	0.1436	9.65883	1.04731	0.04121
30	64.241	BV	0.1695	2.64067	2.37949e-1	0.01127
31	64.912	VV	0.2010	3455.60059	250.38326	14.74444 C18:2
32	65.235	VB	0.1298	5.03855	6.00892e-1	0.02150
33	65.603	BB	0.1156	3.35906	4.68579e-1	0.01433
34	66.113	BB	0.1090	6.49307	9.35598e-1	0.02770
35	67.854	BB	0.1406	23.67922	2.54424	0.10104 C18:3nG
36	68.700	BV	0.1344	8.86396	1.05101	0.03782
37	68.966	VB	0.1071	33.51161	4.93989	0.14299 C20:1
38	69.674	BB	0.1369	1014.05536	117.30592	4.32680 C18:3n3
39	70.174	BV	0.1713	8.03361	6.72671e-1	0.03428
40	70.530	VB	0.1317	3.38943	3.81331e-1	0.01446
41	71.237	BB	0.2308	7.85121	4.60767e-1	0.03350
42	72.382	BB	0.1719	5.79619	4.83436e-1	0.02473
43	72.973	BV	0.1240	9.67643	1.22659	0.04129 C20:2
44	73.303	VB	0.1204	27.29535	3.60429	0.11646 C20:2
45	74.539	BV	0.1839	2.30380	1.97828e-1	0.00983
46	74.929	VB	0.1488	9.96754	1.03048	0.04253 C22:0
47	75.977	BB	0.1480	6.74498	7.02858e-1	0.02878
48	76.436	BV	0.1783	4.29981	3.52512e-1	0.01835
49	76.899	VB	0.1444	42.44307	4.56589	0.18110 C20:3nG
50	78.979	BB	0.1349	15.69502	1.85087	0.06697 C20:3n3
51	79.908	BB	0.1475	239.46613	25.98726	1.02176 C20:4nG
52	82.076	BB	0.1385	4.48679	5.10568e-1	0.01914
53	82.935	BB	0.1267	6.06461	7.47227e-1	0.02588
54	85.070	BB	0.1150	4.69711	6.59909e-1	0.02004
55	85.862	BB	0.1295	22.89767	2.85602	0.09770 C20:5n3
56	87.056	BB	0.1328	80.85571	9.74066	0.34500
57	87.665	BV	0.1309	4.28001	5.25921e-1	0.01826
58	87.896	VV	0.1381	7.69255	8.45895e-1	0.03282
59	88.252	VB	0.1912	30.16306	2.26810	0.12870
60	89.148	BV	0.1350	16.79786	1.90211	0.07167
61	89.538	VV	0.1379	11.30861	1.29477	0.04825
62	90.173	VB	0.2651	32.51604	1.88629	0.13874

Additional Info : Peak(s) manually integrated



Area Percent Report

```

Sorted By      : Signal
Multiplier:    : 1.0000
Dilution:      : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
    
```

Signal 1: FID1 A,

Peak #	RetTime [min]	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %	
1	16.642	MM	0.1049	31.86148	5.06164	0.13595
2	18.850	BB	0.0705	9.20044e-1	2.12354e-1	0.00393

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

C:\CHEM32\1\DATA\SIG11191.D
Name: 56637

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
63	92.205	BB	0.1457	2.44312	2.59900e-1	0.01042
64	92.678	BB	0.1655	3.96315	3.57160e-1	0.01691
65	95.875	BV	0.2991	9.60026	4.25633e-1	0.04096
66	96.229	VB	0.1562	53.25444	5.34875	0.22723
67	97.463	BB	0.2864	17.09241	9.30206e-1	0.07293
68	98.951	BB	0.1589	331.15240	32.48540	1.41297
69	99.843	BB	0.1307	1.30762	1.68155e-1	0.00558
70	102.017	BB	0.1854	12.59220	1.06953	0.05373
71	103.376	BB	0.1771	59.65868	5.22744	0.25455

Totals : 2.34366e4 1633.96039

=====
*** End of Report ***

Figura 42 – Cromatograma relativo à amostra de ovos com ómega 3.

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

Tabela 36 - Resultados calculados para posterior cálculo dos ácidos gordos saturados, monoinsaturados, polinsaturados e da matéria gorda da amostra de ovos com ómega 3.

Ovos	Área (%)	Área corrigida (%)	Ri	WFAMEi	ftGi	WTGi	fAGi	WTGi	Grupo
C4:0	0,0000	0,000	0,680	0,0000	0,9868	0,0000	0,8627	0,0000	S
C6:0	0,0000	0,000	0,827	0,0000	0,9897	0,0000	0,8923	0,0000	S
C8:0	0,0000	0,000	0,932	0,0000	0,9915	0,0000	0,9029	0,0000	S
C10:0	0,0000	0,000	0,990	0,0000	0,9928	0,0000	0,9114	0,0000	S
C11:0	0,0000	0,000	1,000	0,0000	0,9933	0,0000	0,9247	0,0000	S
C12:0	0,0000	0,000	1,005	0,0000	0,9937	0,0000	0,93	0,0000	S
C13:0	8,0408		1,000	12,2451		0,0000		0,0000	S
C14:0	0,2613	0,292	0,988	0,4030	0,9945	0,4007	0,9421	0,3796	S
C14:1	0,0410	0,046	0,969	0,0645	0,9944	0,0641	0,9417	0,0607	M
C15:0	0,0000	0,000	0,961	0,0000	0,9948	0,0000	0,9453	0,0000	S
C15:1	0,0000	0,000	0,952	0,0000	0,9947	0,0000	0,9449	0,0000	M
C16:0	19,3510	21,643	0,938	31,4127	0,995	31,2556	0,9481	29,7823	S
C16:1	2,7261	3,049	0,858	4,8413	0,995	4,8171	0,9477	4,5881	M
C17:0	0,2244	0,251	0,877	0,3898	0,9953	0,3880	0,9507	0,3706	S
C17:1	0,1411	0,158	0,894	0,2405	0,9952	0,2394	0,9503	0,2286	M
C18:0	8,9156	9,971	0,843	16,1004	0,9955	16,0279	0,953	15,3436	S
C18:1n9t	0,2145	0,240	0,826	0,3954	0,9955	0,3936	0,9527	0,3767	T
C18:1n9c	35,2996	39,480	0,888	60,5204	0,9955	60,2481	0,9527	57,6578	M
C18:2n6t	0,0828	0,093	0,824	0,1529	0,9954	0,1522	0,9524	0,1456	T
C18:2n6c	14,7444	16,491	0,878	25,5811	0,9954	25,4634	0,9524	24,3634	P
C18:3n3	4,3268	4,839	0,853	7,7215	0,9954	7,6860	0,952	7,3508	P
C21:0	0,1430	0,160	0,729	0,2989	0,9961	0,2977	0,9588	0,2866	S
C20:2	0,1165	0,130	0,764	0,2320	0,9958	0,2310	0,9565	0,2219	P
C22:0	0,0425	0,048	0,707	0,0916	0,9962	0,0913	0,9565	0,0876	S
C20:3n6	0,1811	0,203	0,767	0,3596	0,9958	0,3580	0,9562	0,3438	P
C22:1n9	0,0000	0,000	0,700	0,0000	0,9962	0,0000	0,9602	0,0000	M
C20:3n3	0,0670	0,075	0,674	0,1514	0,9958	0,1508	0,9562	0,1448	P
C20:4n6	1,0218	1,143	0,761	2,0438	0,9958	2,0352	0,956	1,9539	P
C23:0	0,0000	0,000	0,650	0,0000	0,9964	0,0000	0,962	0,0000	S
C22:2	0,0000	0,000	0,697	0,0000	0,9962	0,0000	0,96	0,0000	P
C24:0	0,0000	0,000	0,671	0,0000	0,9965	0,0000	0,9963	0,0000	S
C20:5	0,0977	0,109	0,749	0,1985	0,9958	0,1977	0,9557	0,1897	P
C24:1	0,0000	0,000	0,670	0,0000	0,9965	0,0000	0,9632	0,0000	M
C22:6n3	1,4130	1,580	0,509	4,2250	0,9961	4,2085	0,959	4,0518	P
Σ	89,4113	100,000				146,9239			

Implementação e validação de um método de avaliação do perfil de ácidos gordos e do teor de gordura em alimentos por cromatografia gasosa

Para a amostra de ovos com ómega 3, depois de efectuado o tratamento necessário, com uma massa de 1,6121 g obtiveram-se os seguintes resultados:

Tabela 37 - Resultados obtidos para a amostra de ovos com ómega 3 por aplicação do método novo.

	Método Novo	Método corrente	% erro
Teor em ácidos gordos saturados (g/ 100 g)	2,9	2,7	-7,4
Teor em ácidos gordos monoinsaturados (g/ 100 g)	3,9	4,1	3,9
Teor em ácidos gordos polinsaturados (g/ 100 g)	2,4	1,9	-26,3
% matéria gorda	9,1	8,8	-3,4

2.5. Óleo de girassol

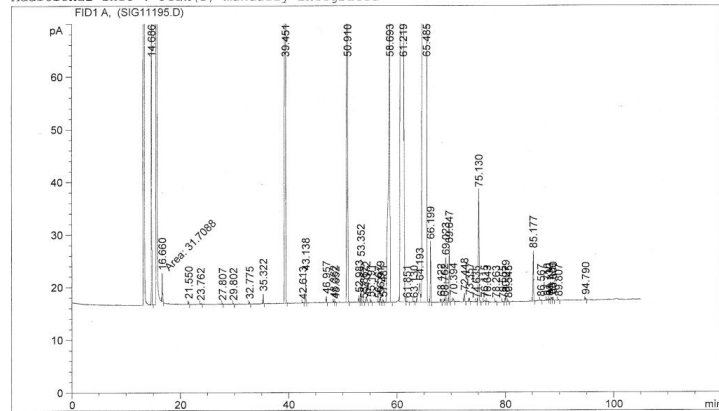
Data File C:\CHEM32\1\DATA\SIG11195.D
Sample Name: 57797

```

=====
Acq. Operator   :
Acq. Instrument : Instrument 1          Location : Vial 1
Injection Date  : 11/5/2011 9:56:55 AM Inj       : 1
                                           Inj Volume: Manually

Acq. Method    : C:\CHEM32\1\METHODS\AOAC.M
Last changed   : 11/5/2011 9:51:24 AM
                (modified after loading)
Analysis Method: C:\CHEM32\1\METHODS\AOAC.M
Last changed   : 11/5/2011 11:41:59 AM
                (modified after loading)
Sample Info    : Óleo de girassol
                Coluna 7GA
                Equipamento 101A
                Coluna 1GB
                Equipamento 101 A
    
```

Additional Info : Peak(s) manually integrated



Area Percent Report

```

Sorted By      : Signal
Multiplier:    : 1.0000
Dilution:      : 1.0000
Use Multiplier & Dilution Factor with ISTDs
    
```

Signal 1: FID1 A,

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
1	14.686	BB	0.0796	489.11295	102.57864	1.30150
2	16.660	MM	0.0981	31.70877	5.38812	0.08438

Figura 43 – Cromatograma relativo ao óleo de girassol.

Data File C:\CHEM32\1\DATA\SIG11195.D
Sample Name: 57797

Peak #	RetTime [min]	Type	Width [min]	Area [pA*s]	Height [pA]	Area %
3	21.550	BB	0.0858	2.48921	4.69558e-1	0.00662
4	23.762	BB	0.1762	1.82324	1.43511e-1	0.00485
5	27.807	BB	0.0877	8.60448e-1	1.57609e-1	0.00229
6	29.802	BB	0.1043	1.08895	1.66431e-1	0.00290
7	32.775	BB	0.1162	2.64711	3.66877e-1	0.00704
8	35.322	BB	0.0858	9.49308	1.79138	0.02526
9	39.451	BB	0.1614	3395.59106	315.80264	9.03549 C13:O
10	42.613	BB	0.1257	1.59100	1.98185e-1	0.00423
11	43.138	BB	0.0859	29.89519	5.63675	0.07955 C14:O
12	46.957	BB	0.0881	6.38456	1.16115	0.01699
13	48.362	BB	0.0890	1.92558	3.45685e-1	0.00512
14	48.652	BB	0.0858	8.51685e-1	1.60823e-1	0.00227
15	50.910	BB	0.1671	2198.45630	195.59636	5.84998 C16:O
16	52.983	BB	0.0958	7.36318	1.26721	0.01959 C16:1 0,14467
17	53.352	BB	0.0952	47.00563	8.16361	0.12508
18	53.862	BB	0.1048	1.31015	1.89104e-1	0.00349
19	54.372	BB	0.1563	10.93578	1.06046	0.02910
20	55.191	BB	0.1026	2.98559	4.66692e-1	0.00794
21	56.567	BB	0.1161	1.49521	1.97940e-1	0.00398
22	56.919	BB	0.1250	8.80617	1.10491	0.02343
23	57.481	BB	0.1030	2.85500	4.43861e-1	0.00760
24	58.693	BB	0.2355	1113.47656	63.83418	2.96290 C18:O
25	61.219	BV	0.3395	9666.89551	381.61057	25.72310 C18:1
26	61.851	VB	0.1382	1.89554	2.08230e-1	0.00504
27	63.130	BB	0.1731	2.91727	2.41250e-1	0.00776
28	64.193	VB	0.3138	83.30745	3.60246	0.22168 C19:2t
29	65.485	VV	0.3910	1.98544e4	659.98083	52.83147 C19:2
30	66.199	VB	0.1164	83.07803	11.49069	0.22107 C20:O
31	68.122	BB	0.1160	4.45877	6.19303e-1	0.01186
32	68.762	VB	0.1332	5.23086	5.79945e-1	0.01392
33	69.023	VB	0.1087	58.45324	8.44530	0.15554 C18:3n3
34	69.647	BB	0.1114	76.37341	10.68591	0.20323
35	70.394	BB	0.1789	7.73019	5.97604e-1	0.02057
36	72.448	BB	0.1289	12.45283	1.56319	0.03314
37	73.357	BB	0.1332	5.83612	7.00289e-1	0.01553
38	74.635	BV	0.1486	1.58060	1.63700e-1	0.00421
39	75.130	VB	0.1559	219.06610	21.31520	0.58292 C22:O
40	76.115	BB	0.2269	4.48253	2.68280e-1	0.01193
41	76.643	BB	0.1736	2.62977	2.22905e-1	0.00700
42	78.263	BB	0.1327	1.68157	2.02802e-1	0.00447
43	79.555	BB	0.1383	1.60401	1.82982e-1	0.00427
44	80.079	BB	0.1275	9.94382	1.21537	0.02646
45	80.545	BB	0.1109	1.32469	1.95825e-1	0.00352
46	85.177	BB	0.1294	79.31562	9.50429	0.21105 C24:O
47	86.567	BB	0.1374	1.91206	2.20055e-1	0.00509
48	87.710	BB	0.2151	4.79624	3.19575e-1	0.01276
49	88.130	BV	0.1283	2.90681	3.52279e-1	0.00773
50	88.481	VV	0.1265	4.87508	6.01700e-1	0.01297
51	88.800	VB	0.1499	6.02601	6.39993e-1	0.01603
52	89.807	BB	0.1248	1.72929	2.27191e-1	0.00460
53	94.790	BB	0.1262	3.55846	4.60259e-1	0.00947

Totals : 3.75806e4 1823.10966

*** End of Report ***