

CENTRO DE ESTATÍSTICA APLICADA – CEA – USP
RELATÓRIO DE CONSULTA

TÍTULO: “Avaliação da concentração de ferro heme em carne processada.”

PESQUISADOR: Liliana Perazzini Furtado Mistura

ORIENTADORA: Célia Colli

INSTITUIÇÃO: Faculdade de Ciências Farmacêuticas da Universidade de São Paulo

FINALIDADE: Doutorado

PARTICIPANTES DA ENTREVISTA: Célia Colli

Liliana Perazzini Furtado Mistura

Carlos Alberto de Bragança Pereira

Adriano Polpo de Campos

Lincoln Cardoso Yamasaki

DATA: 30/09/2003

FINALIDADE DA CONSULTA: Sugestão para o planejamento do experimento e dimensionamento amostral.

RELATÓRIO ELABORADO POR: Lincoln Cardoso Yamasaki

1. Introdução

A utilização dos processos térmicos (fritar, grelhar e outros) na preparação de carnes bovinas para a alimentação destrói microorganismos com a elevação da temperatura, e prolonga o tempo de estocagem; entretanto, causa a oxidação dos anéis porfirínicos da molécula do ferro heme, facilitando o rompimento entre o ferro e o heme da molécula, liberando o ferro para o meio externo e causando o aumento da concentração do ferro não-heme (SCHRICKER e MILLER, 1983).

A qualidade nutricional da carne processada pode ser avaliada pela concentração de ferro heme, pois a baixa concentração desse elemento contribui para a oxidação lipídica da carne (LOVE e PERSSON, 1974).

O objetivo do projeto é estudar a concentração do ferro heme quanto à utilização de processos térmicos na preparação de carnes bovinas.

O objetivo da consulta foi indicar o planejamento amostral e tamanho de amostra adequados.

2. Descrição do Estudo

Será realizado um experimento sob um planejamento completamente cruzado com a aplicação dos vinte e sete tratamentos definidos pela combinação dos níveis de três fatores, **Tempo** (3, 8 e 13 minutos), **Temperatura** (100, 150 e 300°C) e **Umidade Relativa** interna do forno (50, 60 e 70%) em hambúrgueres confeccionados a partir de uma massa de carne bovina (coxão-mole) moída.

Dessa massa será retirada, embalada à vácuo e congelada a -18°C uma porção suficiente para realização da medida inicial de concentração de ferro heme e com o restante da massa serão moldados hambúrgueres que constituirão as unidades amostrais.

Em seguida, os hambúrgueres receberão o tratamento térmico em forno ClimaPlus Combi CPC da Rational. Após o tratamento térmico, cada hambúrguer será homogeneizado em processador de alimentos, embalado a vácuo e congelado a -18°C até as análises serem feitas. Na análise laboratorial, serão determinadas as concentrações de ferro heme de cada hambúrguer homogeneizado e da porção da massa de carne reservada inicialmente que não recebeu o tratamento térmico.

A concentração de ferro heme do hambúrguer será determinada pela concentração de hematina (que contém 8,82% de ferro heme) (MERCK, 1989).

3. Situação do Projeto

O projeto encontra-se na etapa de planejamento. Após a entrega do relatório de consulta será feito um experimento piloto para averiguar a viabilidade do experimento e, em seguida, serão feitas as medidas das concentrações de ferro heme nos hambúrgueres para avaliar a variabilidade.

4. Sugestão do CEA

- Dimensionamento Amostral

O método considerado por Neter et al.(1996) pode ser utilizado em experimentos com mais de um fator, desde que seja definido o mais importante, ou seja, o fator correspondente à menor diferença que se deseja detectar. Além disso, em nosso caso, o tamanho da amostra de cada nível do fator considerado mais importante deve ser pelo menos nove, pois nesse caso teríamos uma observação por tratamento (o experimento possui três fatores cruzados com três níveis cada).

Controlando-se a probabilidade do erro do tipo I (α), um método aproximado para determinar tamanhos amostrais pode ser utilizado. A essência da aproximação é especificar a comparação de maior interesse e determinar o tamanho esperado do intervalo de confiança para vários tamanhos amostrais, com base num valor previsto do desvio padrão (σ).

O processo de escolha do tamanho amostral é iterativo, pois se o tamanho do intervalo de confiança antecipado com base no tamanho amostral escolhido for adequado, o processo é encerrado; caso o intervalo de confiança seja maior do que a menor diferença entre as médias dos tratamentos que se deseja detectar, tamanhos amostrais maiores devem ser adotados para encontrar intervalos de confiança antecipados menores.

Uma sugestão para o uso da estimação aproximada para determinar tamanhos amostrais é definir as comparações múltiplas entre as médias dos níveis do fator mais importante como o método de maior interesse; desse modo, é possível calcular o desvio padrão do contraste necessário para realizar as comparações múltiplas e, em seguida, determinar o intervalo de confiança antecipado em função da estatística de Scheffé para comparações múltiplas, por exemplo.

Com essa finalidade,

1. Defina as comparações múltiplas entre as médias dos níveis do fator mais importante, por exemplo,

$$\mu_i - \mu_j, \quad i, j = 1, 2 \text{ e } 3, \text{ com } i \neq j, \text{ tal que:}$$

μ_i : média do i-ésimo nível do fator mais importante;

2. Calcule o desvio padrão do contraste associado às comparações múltiplas:

$$\sigma^2\{\hat{L}\} = \frac{\sigma^2}{N} \sum c_i^2, \text{ onde:}$$

$\sigma^2\{\hat{L}\}$: Variância do contraste;

n : Número de unidades amostrais em cada tratamento;

$N = 9 \times n$: Número de unidades amostrais para cada nível do fator mais importante;

σ^2 : Variância antecipada da concentração de ferro heme.

Como os valores máximo e mínimo da concentração de ferro heme encontrados em hambúrgueres que receberam algum tipo de tratamento térmico é conhecido e supondo que a concentração de ferro heme tem distribuição normal, uma estimativa pontual para a desvio padrão antecipado com um coeficiente de confiança a 99% ($1-\alpha$) seria:

$$\hat{\sigma} = \frac{(\text{máximo da concentração de ferro heme} - \text{mínimo da concentração de ferro heme})}{6}$$

Como o máximo=30µg/g e o mínimo=15µg/g, então uma estimativa para desvio padrão antecipado seria 2,5µg/g.

Portanto, a variância estimada do contraste considerando que em cada nível do fator mais importante tenhamos nove unidades amostrais ($N=9$), ou seja, uma unidade amostral por tratamento ($n=1$), seria:

$$\sigma^2\{\hat{L}\} = \frac{2,5^2}{9 \times 1} [(1)^2 + (-1)^2] = 1,44.$$

3. Calcule a estatística S de Scheffé para procedimentos de comparações múltiplas com $r = 3$, $N_t = N \times r = 9 \times 3 = 27$ e $1 - \alpha = 0,95$.

$$S = \sqrt{(r-1)F(1-\alpha; r-1, N_t-r)} = \sqrt{2F(0,95; 2; 24)} = 2,6$$

r : Número de níveis do fator mais importante;

N_t : Número total de unidades amostrais no experimento;

$1 - \alpha$: Coeficiente de confiança;

$F(1 - \alpha; r - 1, n_t - r)$: Distribuição F, ver Neter et al. (1996).

4. Calcule o intervalo de confiança antecipado para as comparações múltiplas entre as médias dos níveis do fator mais importante, i. e.

$$[(\mu_i - \mu_j) \pm S\sigma\{\hat{L}\}] = [(\mu_i - \mu_j) \pm 2,6 \times 1,2] = [(\mu_i - \mu_j) \pm 3,07]$$

Portanto, a menor diferença que se pode detectar entre as médias de dois níveis do fator mais importante será $S\sigma\{\hat{L}\} = 3,07 \mu\text{g/g}$ de ferro heme considerando-se que cada nível do fator mais importante tem 9 unidades amostrais, ou seja, temos uma unidade amostral para cada tratamento (o experimento possui três fatores cruzados com três níveis cada). Caso o intervalo de confiança antecipado seja maior do que a diferença que se espera detectar entre as médias de dois níveis do fator mais importante, deve-se aumentar o tamanho da amostra até que esse requisito seja cumprido.

Nas Tabelas A.1 e A.2, com níveis de significância globais de 5% e 1%, respectivamente, foram calculadas as diferenças significativas ($S\sigma\{\hat{L}\}$) que se podem detectar variando o tamanho amostral para cada tratamento ($n=1, \dots, 10$) e o desvio padrão antecipado ($\sigma=1,5, 2, 2,5, 3, 3,5$). Essas mesmas informações estão representadas nos Gráficos B.1 e B.2.

5. Referências Bibliográficas.

LOVE, J.D. and PERSSON, A.M. (1974). Metamyoglobin and non-heme iron as prooxidants in cooked meat. **Journal of agricultural and food chemistry**, **22**, 1032-1034.

MERCK index. (1989). **An encyclopedia of chemicals, drugs, and biologicals**, 11.ed. Rahway: Merck. 1605p.

NETER, J., KUTNER, M.H., NACHTSHEIM, C.J. and WASSERMAN, W. (1996). **Applied linear statistical models: regression, analysis of variance and experimental design**, 4.ed. Homewood: Richard D. Irwing. 1408p.

SCHRICKER, B.R. and MILLER, D.D. (1983). Effects of cooking and chemical treatment on heme and nonheme iron in meat. **Journal of food science**, **48**, 1340-1343.

Apêndice A

Tabelas

Tabela A.1 Diferença significativa entre as médias de dois níveis do fator mais importante para diferentes valores do desvio padrão antecipado e diferentes tamanhos amostrais por tratamento (n) para $\alpha=5\%$.

n	Desvio Padrão Antecipado ($\hat{\sigma}$)				
	1,5	2	2,5	3	3,5
1	1,84	2,46	3,07	3,69	4,30
2	1,26	1,68	2,10	2,52	2,94
3	1,02	1,36	1,70	2,04	2,38
4	0,88	1,17	1,46	1,76	2,05
5	0,78	1,04	1,30	1,57	1,83
6	0,71	0,95	1,19	1,43	1,66
7	0,66	0,88	1,10	1,32	1,54
8	0,62	0,82	1,03	1,23	1,44
9	0,58	0,77	0,97	1,16	1,35
10	0,55	0,73	0,92	1,10	1,28

Tabela A.2 Diferença significativa entre as médias de dois níveis do fator mais importante para diferentes valores do desvio padrão antecipado e diferentes tamanhos amostrais por tratamento (n) para $\alpha=1\%$.

n	Desvio Padrão Antecipado ($\hat{\sigma}$)				
	1,5	2	2,5	3	3,5
1	2,37	3,16	3,95	4,74	5,53
2	1,59	2,12	2,65	3,18	3,71
3	1,28	1,70	2,13	2,55	2,98
4	1,10	1,46	1,83	2,19	2,56
5	0,98	1,30	1,63	1,95	2,28
6	0,89	1,19	1,48	1,78	2,07
7	0,82	1,09	1,37	1,64	1,92
8	0,77	1,02	1,28	1,53	1,79
9	0,72	0,96	1,20	1,44	1,69
10	0,68	0,91	1,14	1,37	1,60

Apêndice B

Gráficos

Gráfico B.1 Diferença significativa entre as médias de dois níveis do fator mais importante para diferentes valores do desvio padrão antecipado e diferentes tamanhos amostrais por tratamento (n) para $\alpha=5\%$.

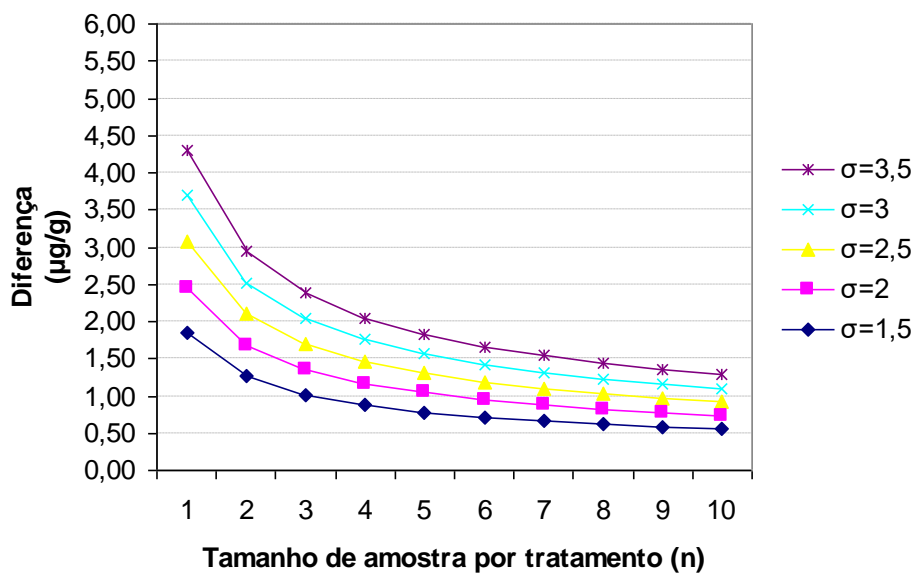


Gráfico B.2 Diferença significativa entre as médias de dois níveis do fator mais importante para diferentes valores do desvio padrão antecipado e diferentes tamanhos amostrais por tratamento (n) para $\alpha=1\%$.

