

MESTRADO PROFISSIONALIZANTE EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA DO LEITE E DERIVADOS
DISCIPLINA: FÍSICO-QUÍMICA DO LEITE E DERIVADOS

Professor: Luiz Carlos Gonçalves Costa Júnior, DSc.

GORDURA EM CREME DE LEITE

Fundamento

A determinação baseia-se na separação e quantificação da gordura por meio do tratamento da amostra com ácido sulfúrico e álcool isoamílico. O ácido dissolve as proteínas que se encontram ligadas à gordura, diminuindo a viscosidade do meio, aumentando a densidade da fase aquosa e fundindo a gordura, devido à liberação de calor proveniente da reação, o que favorece a separação da gordura pelo extrator (álcool isoamílico). A leitura é feita na escala graduada do butirômetro, após centrifugação e imersão em banho-maria.

2.1. Método Köhler

Soluções e Reagentes

- Ácido sulfúrico $d_{20} = 1.825$ g/L.
- Álcool isoamílico R $d_{20} = 811$ g/L.

Vidrarias

- Butirômetro Köhler, especial para creme.
- Pipeta graduada, capacidade 1 mL, ou pipetador automático, especial para o álcool isoamílico.
- Pipeta graduada, capacidade 10 mL, ou pipetador automático, especial para o ácido.
- Pipeta volumétrica, capacidade 5 mL.
- Pipeta volumétrica, capacidade 5 mL, especial para creme.

Equipamentos

- Banho-maria regulado para 65 a 66 °C.
- Centrífuga de Gerber.

Utensílios

- Frasco com água destilada, 40 a 50 °C.
- Estante para butirômetro.
- Termômetro com escala de 0 a 100 °C, intervalo de graduação de 1 °C.

Técnica

- Transferir, para um butirômetro Köhler, 10 mL de ácido sulfúrico ($d_{20} = 1.825$ g/L);
- adicionar, cuidadosamente, 5 mL da amostra, mantendo a pipeta à boca do butirômetro;
- acrescentar 5 mL de água a 40 - 50 °C, com auxílio de outra pipeta, passando pela primeira;
- adicionar 1 mL de álcool isoamílico ($d_{20} = 811$ g/L);
- limpar o gargalo com papel absorvente e vedar;
- envolver em toalha e agitar vigorosamente;
- centrifugar por 4-5 minutos a 1200-1400 rpm;

MESTRADO PROFISSIONALIZANTE EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA DO LEITE E DERIVADOS
DISCIPLINA: FÍSICO-QUÍMICA DO LEITE E DERIVADOS

Professor: Luiz Carlos Gonçalves Costa Júnior, DSc.

- deixar em banho-maria (65-66 °C) por 2 a 3 minutos; e
- fazer a leitura em escala própria.

Resultado

- Resultado direto em % (m/v).

2.2. Método Roeder

Soluções e Reagentes

- Ácido sulfúrico $d_{20} = 1.530 - 1.540$ g/L.
- Álcool isoamílico R $d_{20} = 811$ g/L.

Vidrarias

- Butirômetro Roeder, especial para creme.
- Pipeta graduada, capacidade 1 mL, ou pipetador automático, especial para o álcool.
- Pipeta graduada, capacidade 20 mL, ou repipetador, para o ácido.

Equipamentos

- Banho-maria regulado para 65 a 66 °C.
- Centrífuga de Gerber.

Utensílios

- Frasco com água destilada, 40 a 50 °C.
- Estante para butirômetro.
- Termômetro com escala de 0 a 100 °C, intervalo de graduação de 1 °C.
- Pipetador de segurança adaptável à pipeta graduada para o ácido.

Técnica

- Pesar 5 g da amostra no copinho do butirômetro de Roeder e adaptá-lo ao butirômetro;
- adicionar 18 mL de ácido sulfúrico ($d_{20} = 1.530 - 1.540$ g/L);
- limpar o gargalo com papel absorvente e vedar;
- envolver em toalha, agitar vigorosamente e deixar em banho-maria a 80-90 °C;
- misturar com inversões a cada 3 minutos, até que a mistura adquira tonalidade marrom escura;
- adicionar 1 mL de álcool isoamílico ($d_{20} = 811$ g/L);
- se necessário, colocar água até aproximadamente o nº 60 da escala e misturar;
- centrifugar por 4 -5 minutos a 1200-1400 rpm;
- deixar em banho-maria (65-66 °C) por 2 a 3 minutos; e
- fazer a leitura em escala própria.

Resultado

- Resultado direto em % (m/m).
-

MESTRADO PROFISSIONALIZANTE EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA DO LEITE E DERIVADOS
DISCIPLINA: FÍSICO-QUÍMICA DO LEITE E DERIVADOS

Professor: Luiz Carlos Gonçalves Costa Júnior, DSc.

MANTEIGA

Método contínuo de análises

UMIDADE / SÓLIDOS TOTAIS

Vidraria

- Béquer de 100 mL ou recipiente de alumínio de 100 mL.

Equipamentos

- Balança analítica, capacidade 150 a 200 g, intervalo de medição de 0,1 mg.
- Dessecador com sílica-gel ou cloreto de cálcio.

Utensílios

- Espátulas de aço inox.
- Lamparina a álcool.
- Pinça metálica ou garra.

Técnica

- Pesar rigorosamente, em béquer tarado (T) ou copo de alumínio (anotar a tara), 10 g de amostra (P_i);
- prender o copo com garra ou pinça e levar à chama da lamparina a álcool, agitando em movimentos circulares uniformes;
- retirar ocasionalmente da chama para evitar queima ou crepitação violenta;
- verificar se a água foi totalmente eliminada, o que se reconhece quando:
 - um balão volumétrico colocado à boca do recipiente não embaça;
 - aparecem espumas esbranquiçadas e compactas na periferia;
 - aparece um discreto odor a queimado;
 - cessa a crepitação; e
 - aparece no centro da mistura um corpo de fundo;
- esfriar em dessecador por 5 a 10 minutos;
- limpar o béquer externamente; e
- pesar e anotar a massa (P_f), guardando o béquer para análises posteriores.

Resultado

- Calcular o teor de umidade em % (m/m) por meio da fórmula abaixo:

$$\% \text{ de umidade} = 100 - \left[\frac{P_f - T}{P_i - T} \times 100 \right]$$

MESTRADO PROFISSIONALIZANTE EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA DO LEITE E DERIVADOS
DISCIPLINA: FÍSICO-QUÍMICA DO LEITE E DERIVADOS

Professor: Luiz Carlos Gonçalves Costa Júnior, DSc.

Sendo:

% umidade: teor de umidade, em % (m/m);

P_f: resultado da última pesagem;

P_i: resultado da pesagem inicial, após adição da amostra; e

T: tara do recipiente.

INSOLÚVEIS

Fundamento

Após a extração da umidade pelo calor e da gordura por um solvente apropriado (éter), o resíduo obtido pode ser quantificado representando as substâncias insolúveis em éter na amostra.

Soluções e Reagentes

- Éter etílico R.

Vidrarias

- Béquer de 100 mL ou recipiente de alumínio de 100 mL, com o resíduo da análise de umidade.
- Béquer de 250 mL para descarte.
- Bastão de vidro.

Equipamentos

- Balança analítica, capacidade 150 a 200 g, intervalo de medição de 0,1 mg.
- Dessecador com sílica-gel ou cloreto de cálcio.
- Estufa regulada para 50 - 60 °C.

Utensílio

- Pinça metálica ou garra.

Técnica

- Colocar, no béquer que contém o resíduo da análise de umidade, um volume de éter etílico equivalente a 1/3 da capacidade do frasco;
 - misturar e deixar decantar por 5 minutos;
 - eliminar a solução etérea para o béquer de descarte, sem deixar que o corpo de fundo seja descartado;
 - fazer mais 3 extrações com éter, deixando sempre decantar por 5 minutos e eliminando a fase etérea;
 - levar a estufa 50 - 60 °C, até que todo o resíduo de éter tenha sido eliminado;
 - limpar o recipiente externamente com papel absorvente;
 - pesar o recipiente com o resíduo seco;
-

MESTRADO PROFISSIONALIZANTE EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA DO LEITE E DERIVADOS
DISCIPLINA: FÍSICO-QUÍMICA DO LEITE E DERIVADOS

Professor: Luiz Carlos Gonçalves Costa Júnior, DSc.

- anotar a massa (P_e).

Resultado

- Calcular o teor de insolúveis em % (m/m) por meio da fórmula abaixo:

$$\% \text{ Insolúveis} = P_e - T \times \frac{100}{g}$$

Sendo:

% Insolúveis: teor de insolúveis da amostra em % (m/m);

P_e : massa de amostra seca após extração etérea;

T: tara do béquer; e

g: massa de amostra pesada para análise de umidade.

GORDURA

Método Indireto

- O teor de gordura é determinado indiretamente por meio da fórmula abaixo:

$$\% G = 100 - (\% I + \% \text{ umidade})$$

Sendo:

% G: teor de gordura em % (m/m);

% I: teor de insolúveis da amostra em % (m/m); e

% umidade: teor de umidade da amostra em % (m/m).

CLORETO DE SÓDIO

Fundamento

Baseia-se na reação do nitrato de prata com os cloretos, em presença de cromato de potássio como indicador, até mudança da coloração de amarelo para marrom. A reação deve desenvolver-se em pH ajustado.

A determinação pode ser feita após extração do cloreto de sódio diretamente da amostra (doseamento na substância) ou a partir dos insolúveis obtido em análise anterior (doseamento nos insolúveis).

Método de Doseamento nos Insolúveis

Soluções e Reagentes

- Nitrato de prata 0,1 mol/L S.V.
 - Cromato de potássio 5 % (m/v) S.I.
 - Ácido nítrico R.
 - Carbonato de cálcio R.
-

MESTRADO PROFISSIONALIZANTE EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA DO LEITE E DERIVADOS
DISCIPLINA: FÍSICO-QUÍMICA DO LEITE E DERIVADOS

Professor: Luiz Carlos Gonçalves Costa Júnior, DSc.

Vidrarias

- Proveta, capacidade 100 mL, intervalo de graduação de 1 mL.
- Balão volumétrico, capacidade 100 mL.
- Funil de vidro.
- Erlenmeyer, capacidade 125 mL.
- Pipeta graduada, capacidade 5 mL, intervalo de graduação de 0,5 mL.
- Pipeta volumétrica, capacidade 10 mL.
- Bureta, capacidade 10 mL, intervalo de graduação de 0,05 mL.

Utensílios

- Bastão de vidro.
- Frasco com água destilada a 85 a 90 °C.
- Suporte para bureta.
- Suporte para funil.
- Papel-filtro quantitativo.
- Termômetro com escala de 0 a 100 °C, intervalo de graduação de 1 °C.

Técnica

- Colocar aproximadamente 90 mL de água destilada muito quente (85 - 90 °C) em 3 a 4 porções, no béquer que contém os insolúveis;
- misturar cada porção com bastão de vidro e filtrar para um balão volumétrico de 100 mL;
- durante a filtração, adicionar 2 gotas de ácido nítrico R;
- resfriar em água corrente e completar o volume do balão com água destilada fria;
- tampar e misturar por inversões;
- transferir, para outro balão volumétrico de 100 mL, 50 mL de água destilada, acrescentar 2 gotas de ácido nítrico R, completar o volume do balão com água destilada fria, tampar e misturar por inversões (*prova em branco*);
- transferir, para um erlenmeyer de 125 mL, 10 mL do filtrado;
- transferir, para outro erlenmeyer de 125 mL, 10 mL da *prova em branco*;
- adicionar aproximadamente 0,5 g de carbonato de cálcio;
- acrescentar 3 a 5 gotas de solução de cromato de potássio a 5 % (m/v), S.I.;
- titular por solução de nitrato de prata 0,1 mol/L S.V. até ponto final detectável pelo aparecimento de coloração alaranjada; e
- anotar o volume gasto.

Resultados

- Calcular o teor de cloreto de sódio em % (m/m) por meio da fórmula abaixo:

$$\% \text{ NaCl} = \frac{(A - B) \times C_i \times f_c \times 5,845}{g}$$



MESTRADO PROFISSIONALIZANTE EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA DO LEITE E DERIVADOS
DISCIPLINA: FÍSICO-QUÍMICA DO LEITE E DERIVADOS

Professor: Luiz Carlos Gonçalves Costa Júnior, DSc.

Sendo:

% NaCl: teor de cloreto de sódio em % (m/m);

A: volume de solução de nitrato de prata gasto na titulação da amostra;

B: volume de solução de nitrato de prata gasto na titulação da prova em branco;

Ci: concentração da solução de nitrato de prata, em mol/L;

fc: fator de correção da solução de nitrato de prata; e

g: massa da porção alíquota da amostra (gramas de amostra pesados para determinação de umidade/ $100 \times 10 = g$).



Empresa de Pesquisa Agropecuária de Minas Gerais
Secretaria de Estado de Agricultura, Pecuária e Abastecimento

MESTRADO PROFISSIONALIZANTE EM CIÊNCIA E TECNOLOGIA DO LEITE E DERIVADOS
DISCIPLINA: FÍSICO-QUÍMICA DO LEITE E DERIVADOS

Professor: Luiz Carlos Gonçalves Costa Júnior, DSc.
