

Técnicas analíticas para

Controle de **Qualidade**

de leites e derivados

Amanda Thais Ghecki
Otiniel Moreira do Nascimento
Douglas Wellington Ferreira Ferreira
Izabel Bastos Pereira Neta
Laira Lima da Silva
Rosemary Maria Pimentel Coutinho
Vitória Nazaré Costa Seix
(org.)



Universidade do Estado do Pará

Reitor

Rubens Cardoso da Silva

Vice-Reitor

Clay Anderson Nunes Chagas

Pró-Reitor de Pesquisa e Pós-Graduação

Renato da Costa Teixeira

Pró-Reitora de Graduação

Ana da Conceição Oliveira

Pró-Reitora de Extensão

Alba Lúcia Ribeiro Raitthy Pereira

Pró-Reitor de Gestão e Planejamento

Carlos José Capela Bispo



Editora da Universidade do Estado do Pará

Coordenador e Editor-Chefe

Robson José de Souza Domingues

Conselho Editorial

Francisca Regina Oliveira Carneiro

Hebe Morganne Campos Ribeiro

Joelma Cristina Parente Monteiro Alencar

Josebel Akel Fares

José Alberto Silva de Sá

Juarez Antônio Simões Quaresma

Lia Braga Vieira

Maria das Graças da Silva

Maria do Perpétuo Socorro Cardoso da Silva

Marília Brasil Xavier

Núbia Suely Silva Santos

Robson José de Souza Domingues (Presidente)

Pedro Franco de Sá

Tânia Regina Lobato dos Santos

Valéria Marques Ferreira Normando

© EDUEPA 2018

Realização

Universidade do Estado do Pará - UEPA
Editora da Universidade do Estado do Pará - EDUEPA



Normalização e Revisão

Marco A. da C. Camelo
Nilson Bezerra Neto

Capa

Lauro Cohen

Diagramação

Odivaldo T. Lopes

Apoio Técnico

Alexandre Nicolau Saraty
Bruna Toscano Gibson
Jarina Silva
Arlene Sales Duarte Caldeira
Maria Cláudia da Silva Faro

Dados Internacionais de Catalogação-na-Publicação (CIP) Sistema de Bibliotecas da UEPA / SIBIUEPA

Técnicas analíticas para controle de qualidade de leites e derivados / Amanda Thaís Ghecki ... [et al.]. – Belém: EDUEPA, 2018.
165 p.

Inclui bibliografia
ISBN 978-85-8458-027-9

1. Leite - Controle de qualidade. 2. Derivados do Leite - Análise. 3. Leite - Processamento. I. Ghecki, Amanda Thaís.

CDD 22.ed. 637.127

Ficha Catalográfica: Rita Almeida CRB-2/1086

Editora filiada



Associação Brasileira
das Editoras Universitárias

Editora da Universidade do Estado do Pará - EDUEPA
Travessa D. Pedro I, 519 - CEP: 66050-100
E-mail: eduepa@uepa.br/livrariadauepa@gmail.com

SUMÁRIO

1.	LEITE.....	12
1.1.	DEFINIÇÃO.....	12
1.2.	DETERMINAÇÃO DE GORDURA.....	12
1.3.	DETERMINAÇÃO DE LIPÍDIOS EM LEITE FLUIDO PELO MÉTODO DE GERBER.....	16
1.4.	DETERMINAÇÃO DE ACIDEZ TITULÁVEL EM LEITE FLUÍDO.....	18
1.5.	DETERMINAÇÃO DE DENSIDADE EM LEITE FLUIDO COM USO DO TERMOLACTODENSÍMETRO.....	20
1.6.	DETERMINAÇÃO DE GLICÍDIOS REDUTORES EM LACTOSE PELO MÉTODO DE LANE-EYNON EM LEITE.....	21
1.7.	DETERMINAÇÃO DO EXTRATO SECO TOTAL E DESENGORDURADO EM LEITE FLUIDO POR MÉTODO GRAVIMÉTRICO.....	23
1.8.	DETERMINAÇÃO DO ÍNDICE CRIOSCÓPICO.....	26
1.9.	DETERMINAÇÃO DA ESTABILIDADE AO ETANOL A 68%.....	28
2.	MANTEIGA.....	33
2.1.	DEFINIÇÃO.....	33
2.2.	DETERMINAÇÃO DE LIPÍDIOS EM LEITE E PRODUTOS LÁCTEOS PELO MÉTODO BUTIROMÉTRICO.....	33
2.3.	DETERMINAÇÃO DE EXTRATO SECO DESENGORDURADO.....	36
2.4.	DETERMINAÇÃO DE UMIDADE.....	36
2.5.	DETERMINAÇÃO DE ACIDEZ.....	37
2.6.	DETERMINAÇÃO DE ÍNDICE DE PERÓXIDO.....	39
3.	LEITE EM PÓ.....	45
3.1.	DEFINIÇÃO.....	45
3.2.	DETERMINAÇÃO DE ACIDEZ TITULÁVEL.....	45

3.3.	DISPERSIBILIDADE DO LEITE EM PÓ INSTANTÂNEO.....	46
3.4.	GLICÍDIOS REDUTORES EM LACTOSE, GLICÍDIOS NÃO REDUTORES EM SACAROSE E AMIDO - Método A: Lane-Eynon.....	51
3.5.	ÍNDICE DE CASEÍNOMACROPEPTÍDEO.....	55
3.6.	ÍNDICE DE INSOLUBILIDADE.....	59
3.7.	PARTÍCULAS QUEIMADAS EM LEITES DESIDRATADOS PELO PROCESSO “ SPRAY DRIER ” - Método A: “Water Disc”.....	62
3.8.	UMECTABILIDADE DO LEITE EM PÓ INSTANTÂNEO.....	64
3.9.	UMIDADE E VOLÁTEIS E SÓLIDOS TOTAIS - Método A.....	66
3.10.	DETERMINAÇÃO DE RESÍDUO POR INCINERAÇÃO-CINZAS.....	68
3.11.	DETERMINAÇÃO DA ALCALINIDADE DAS CINZAS.....	69
3.12.	DETERMINAÇÃO DA GORDURA.....	70
4.	CREME DE LEITE.....	75
4.1.	DEFINIÇÃO.....	75
4.2.	ANÁLISE DE MATÉRIA GORDA EM CREME DE LEITE.....	75
4.3.	DETERMINAÇÃO DE ACIDEZ TITULÁVEL.....	77
5.	LEITE CONDENSADO.....	81
5.1.	DEFINIÇÃO.....	81
5.2.	DETERMINAÇÃO DE AMIDO.....	81
5.3.	DETERMINAÇÃO DE ACIDEZ TITULÁVEL.....	82
5.4.	DETERMINAÇÃO DE GORDURA.....	83
5.5.	DETERMINAÇÃO RESÍDUO MINERAL FIXO.....	87
5.6.	DETERMINAÇÃO DE UMIDADE E VOLÁTEIS E SÓLIDOS TOTAIS.....	89
5.7.	DETERMINAÇÃO DE GLICÍDIOS REDUTORES EM LACTOSE.....	90
5.8.	DETERMINAÇÃO DE GLICÍDIOS NÃO REDUTORES EM SACAROSE.....	92
5.9.	DETERMINAÇÃO DE PROTEÍNA.....	95
6.	DOCE DE LEITE.....	100

6.1.	DEFINIÇÃO.....	100
6.2.	DETERMINAÇÃO DE ACIDEZ TITULAVEL.....	100
6.3.	DETERMINAÇÃO DE UMIDADE E VOLÁTEIS E SÓLIDOS TOTAIS.....	101
6.4.	DETERMINAÇÃO DE GLICÍDIOS NÃO REDUTORES EM AMIDO.....	101
6.5.	DETERMINAÇÃO DE GLICÍDIOS NÃO REDUTORES EM SACAROSE.....	105
6.6.	DETERMINAÇÃO DE GORDURA.....	105
6.7.	DETERMINAÇÃO RESÍDUO MINERAL FIXO	106
6.8.	DETERMINAÇÃO DE PROTEÍNA.....	106
7.	REQUEIJÃO.....	109
7.1.	DEFINIÇÃO.....	109
7.2.	7.2 ANÁLISE DE MATÉRIA GORDA NO EXTRATO SECO EM REQUEIJÃO.....	109
7.3.	DETERMINAÇÃO DE UMIDADE.....	111
8.	LEITE FERMENTADO.....	114
8.1.	DEFINIÇÃO.....	114
8.2.	DETERMINAÇÃO DE pH.....	115
8.3.	DETERMINAÇÃO DA ACIDEZ EM ÁCIDO LÁCTICO.....	116
8.4.	DETERMINAÇÃO DE SUBSTÂNCIAS VOLÁTEIS E EXTRATO SECO TOTAL.....	117
8.5.	DETERMINAÇÃO DE SUBSTÂNCIAS VOLÁTEIS EM ESTUFA A VÁCUO.....	119
8.6.	DETERMINAÇÃO DO RESÍDUO POR INCINERAÇÃO-CINZAS.....	120
8.7.	DETERMINAÇÃO DE GORDURA.....	121
8.8.	DETERMINAÇÃO DE GORDURA COM BUTIRÔMETRO DE GERBER.....	124
8.9.	DETERMINAÇÃO DE PROTEÍNA – MÉTODO DE KJELDAHL CLÁSSICO.....	125
8.10.	DETERMINAÇÃO DE GLICÍDIOS REDUTORES EM LACTOSE.....	126

8.11.	DETERMINAÇÃO DE GLICÍDIOS NÃO REDUTORES EM SACAROSE	126
9.	BEBIDA LÁCTEA	130
9.1.	DEFINIÇÃO	130
10.	QUEIJO	132
10.1.	DEFINIÇÃO	132
10.2.	DETERMINAÇÃO DE AMIDO	152
10.3.	DETERMINAÇÃO DE ACIDEZ TITULÁVEL DE QUEIJO	152
10.4.	DETERMINAÇÃO DE RESÍDUO MINERAL FIXO PARA QUEIJO	153
10.5.	DETERMINAÇÃO DE CLORETOS MÉTODO ARGENTOMÉTRICO	154
10.6.	DETERMINAÇÃO DE ÍNDICE DE INSOLUBILIDADE	155
10.7.	DETERMINAÇÃO DE LIPÍDIOS PELO MÉTODO BUTIROMÉTRICO PARA QUEIJO	156
10.8.	DETERMINAÇÃO DE NITROGÊNIO TOTAL	157
10.9.	DETERMINAÇÃO DE UMIDADE E VOLÁTEIS E SÓLIDOS TOTAIS	162
10.10.	DETERMINAÇÃO DE UMIDADE E VOLÁTEIS E SÓLIDOS TOTAIS PARA QUEIJO EM PÓ	162

PREFÁCIO

O desenvolvimento de um sistema leiteiro forte e produtivo é intimamente ligado ao controle de qualidade. E é inegável a relevância das técnicas analíticas que, se bem otimizadas, vêm a contribuir de forma permanente para a qualidade do leite e seus derivados, incentivando e aumentando a contribuição técnica, produtividade e excelência na entrega de produtos. O controle de qualidade do leite e dos produtos lácteos é de fundamental importância para a garantia da saúde da população. A qualidade pode ser avaliada através de determinações físicas, químicas, microbiológicas, sensoriais e provas de higiene, obedecendo os padrões mínimos exigidos pelo Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Desta forma, “TÉCNICAS ANALÍTICAS PARA CONTROLE DE QUALIDADE DE LEITES E DERIVADOS” aborda as metodologias de avaliação da qualidade do leite e seus derivados mediante análises físico-químicas rápidas, confiáveis e precisas.

O presente livro foi idealizado e concebido visando fornecer referências conceituais consistentes e pormenorizadas dos critérios analíticos que devem ser seguidos pelos laboratórios da Rede Nacional de Laboratórios Agropecuários que prestam serviços ao Plano Nacional de MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO MANUAL DE GARANTIA DA QUALIDADE ANALÍTICA em Produtos de Origem Animal e Vegetal, podendo ser aplicada em diversas áreas da atividade analítica laboratorial. Elaborado para ser uma ampla fonte de informações, esse livro é dividido em 10 capítulos. O Capítulo 1 apresenta definição de leite fluído, técnicas dos parâmetros físico-químicos, gordura, lipídeos pelo método Gerber, acidez titulável, extrato seco total e desengordurado, método gravimétrico, índice crioscópico e estabilidade ao etanol a 68%. O capítulo 2, juntamente com as técnicas analíticas, define e descreve os procedimentos dos parâmetros de análise da manteiga, entre eles, análise de lipídios pelo método Butirométrico, umidade, acidez, entre outros. O Capítulo 3 trata-se das técnicas de análises para o leite em pó, entre as já citadas, a dispersibilidade, glicídios redutores e não redutores e a determinação do índice de caseinomacropéptido. O capítulo 4 contém informações

sobre as técnicas analíticas para o creme de leite, permitindo que o analista possa prover a matéria gorda e a acidez titulável, dentro de faixas consideradas adequadas ao propósito de uso. O Capítulo 5 descreve os procedimentos analíticos para o leite condensado, entre elas, a determinação do amido, resíduos mineral fixo, proteínas, entre outras. O Capítulo 6 descreve as técnicas para doce de leite tais como, umidade voláteis, entre outras já citadas anteriormente. O Capítulo 7 trata dos métodos de análise no requeijão e o Capítulo 8 aborda as técnicas para leite fermentado onde descreve métodos para análise pH, acidez em ácido láctico, resíduos, entre outras específicas. O Capítulo 9 se refere às bebidas lácteas e o Capítulo 10 sobre o queijo, onde especifica os métodos para análise de cloretos, índice de insolubilidade e umidade volátil para queijo em pó. Este livro foi elaborado em 10 capítulos distintos com a finalidade de compactar informações das principais técnicas de análises para o controle de qualidade do leite e seus derivados, facilitando o entendimento e a utilização deste nas rotinas diárias de análise em laboratórios acadêmicos, indústrias e outra da área de alimentos. Os capítulos trazem os detalhes de cada análise, especificando suas respectivas faixas de controle de qualidade em cada parâmetro, descritos pelas normas vigentes, necessários para extrair de forma confiável as informações contidas nesse livro, garantindo confiança nos resultados das técnicas abordadas, que subsidiam confiança desejada pelos autores ao escrever essa obra técnico-científica. Por fim, entendemos que este livro configura-se como uma ferramenta útil a todos que atuam na área analítica laboratorial, bem como a estudantes e pesquisadores. No entanto, nenhum documento é completo e perfeito, assim, críticas e sugestões de melhoria serão sempre bem-vindas, para que possamos promover o seu contínuo aprimoramento em edições futuras.

Rosemary Maria Pimentel Coutinho

Doutora em Ciência e Tecnologia de Alimentos pela Universidade Federal de Viçosa (UFV), Mestre em Química Orgânica/Biotecnologia pela Universidade Federal do Pará (UFPA), graduada em Química Industrial/UPPA. Pesquisadora/Professora do Instituto Federal de Educação Ciência e Tecnologia do Pará– Marabá Industrial.

MARABÁ-PA

APRESENTAÇÃO

No Brasil e no mundo a qualidade do leite e seus derivados é um ponto essencial. Nesse intuito foram desenvolvidos métodos que determinam a origem do possível problema, através de parâmetros físico-químicos, prevenindo assim o surgimento de possíveis danos à saúde pública.

É preciso conhecer tais problemas comumente apresentados nestes tipos de produtos e suas possíveis soluções. Portanto, as informações aqui apresentadas permitem atingir esse objetivo na indústria ou na propriedade leiteira, em quaisquer condições de tecnificação. Tudo isto de forma compreensível e compacta.

CAPÍTULO 1

LEITE

1. LEITE

1.1. DEFINIÇÃO

Entende-se por leite, sem outra especificação, o produto oriundo da ordenha completa, ininterrupta, em condições de higiene, de vacas saudáveis, bem alimentadas e descansadas. O leite de outros animais deve denominar-se segundo a espécie de que proceda (BRASIL, 2011).

1.1.1. Parâmetros físico-químicos para o tipo de leite.

REQUISITOS	LEITE INTERGRAL	LEITE SEMI OU PARCIALMENTE DESNATADO	LEITE DESNATADO
Matéria Gorda	Mín. 3,0	6,0 a 2,9	Máx. 0,5
Acidez g ac. Láctico/100 MI	0,14 a 0,18		0,14 a 0,18
Estabilidade ao etanol 68% (v/v)	Estável	Estável	Estável
Extrato seco desengordurado % (m/m)	Mín. 8,2	Mín. 8,3	Mín. 8,4

Fonte: BRASIL, 2011.

1.2. DETERMINAÇÃO DE GORDURA

1.2.1. Princípio

Baseia-se na separação e quantificação da gordura por meio do tratamento da amostra com ácido sulfúrico e álcool isoamílico. O ácido digere as proteínas que se encontram ligadas à gordura, diminuindo a viscosidade do meio, aumentando a densidade da fase aquosa e fundindo a gordura, devido a liberação do calor proveniente da reação, o que favorece a separação da gordura pelo extrator (álcool isoamílico) o qual modifica a tensão superficial do meio. A leitura é feita na escala do butirômetro, após centrifugação e imersão em banho-maria (BRASIL, 2014).

1.2.2. Materiais

1.2.2.1. Equipamentos

- I. Centrífuga com aquecimento;
- II. Balança analítica;
- III. Banho-maria;
- IV. Chapa aquecedora;
- V. Densímetro.

1.2.2.2. Vidrarias e utensílios

- I. Butirômetro de Gerber para leite com rolhas;
- II. Butirômetro de Gerber para manteiga com rolhas;
- III. Butirômetro de Gerber para queijo com rolhas;
- IV. Butirômetro de Köhler com rolha;
- V. Bastão de vidro;
- VI. Bequer de 50 mL;
- VII. Espátula;
- VIII. Medidores automáticos de 1 e 10 mL;
- IX. Pipeta volumétrica de 11 mL;
- X. Pipetas graduadas de 1, 5 e 10 mL;
- XI. Papel absorvente;
- XII. Toalha de algodão.

1.2.2.3. Reagentes

- I. Ácido sulfúrico (H_2SO_4);
- II. Álcool isoamílico ($C_5H_{12}O$).

1.2.3. Metodologia

1.2.3.1. Lipídios em leite fluído – Método C

- Realizar o ensaio em duplicata;
- Adicionar a um butirômetro, 10 mL da solução de ácido sulfúrico com densidade de 1,820 a 1,825 a 20°C;

- Transferir 11 mL de amostra homogeneizada, para o butirômetro lentamente e pela parede deste, para evitar sua mistura com o ácido;
- Acrescentar 1 mL de álcool isoamílico;
- Limpar as bordas do butirômetro com papel absorvente e fechar com rolha apropriada;
- Envolver o butirômetro em um pano, colocando o bulbo maior na palma da mão de forma tal que o dedo polegar exerça pressão sobre a tampa, impedindo sua projeção;
- Agitar o butirômetro, de modo a promover a mistura completa dos líquidos no interior do aparelho, tomando precauções para evitar acidentes e mantendo o polegar sobre a tampa;
- Centrifugar por 5 minutos em Centrífuga com aquecimento, com rotação entre 1000 a 1200 R.P.M;
- Ajustar a posição da coluna de gordura sobre a escala do butirômetro e ler a diferença entre o menisco superior da gordura e a interface gordura/ácido;
- Adicionar mais álcool isoamílico caso a leitura da gordura fique fora da escala do butirômetro;
- Misturar novamente o conteúdo do aparelho e repetir o procedimento de centrifugação se, após o procedimento do ensaio, a coluna não estiver bem delineada;
- Reiniciar o ensaio caso este tratamento não seja satisfatório;
- Fazer a leitura da gordura imediatamente após retirar o butirômetro da centrífuga com aquecimento;
- Registrar as leituras no formulário “Dados brutos”, Anexo A do POP POA/SLAV/15.

1.2.3.2. Lipídios em leite desidratado – Método E

- Realizar o ensaio em duplicata;
- Homogeneizar o leite desidratado, agitando a embalagem fechada;
- Abrir e revolver com uma espátula;
- Manter o produto protegido da umidade durante a homogeneização, evitando ao máximo o contato com o ar;
- Pesar exatamente cerca de 1 g de amostra homogeneizada em um béquer de 50 mL;
- Adicionar 10 mL da solução de ácido sulfúrico com densidade de 1,500 a 20°C;
- Aquecer em chapa aquecedora ou banho-maria, a uma temperatura que promova a queimada amostra evidenciada pelo seu escurecimento;
- Homogeneizar de tempos em tempos com bastão de vidro. A queima total da mostra é indicada pela coloração vinho;
- Transferir cuidadosamente para butirômetro, com auxílio de bastão de vidro;
- Lavar o béquer 2 ou 3 vezes com 3 a 4 mL da solução de ácido sulfúrico para completar 19 mL;
- Adicionar 1 mL de álcool isoamílico;
- Enxugar a boca do butirômetro com papel e fechar com rolha apropriada;
- Agitar, invertendo várias vezes o butirômetro;
- Centrifugar por 15 minutos a 1200 R.P.M.;
- Ajustar a posição da coluna de gordura sobre a escala do

butirômetro e ler a diferença entre o menisco superior da gordura e a interface gordura/ácido;

- Adicionar mais álcool isoamílico caso a leitura da gordura fique fora da escala do butirômetro;
- Misturar novamente o conteúdo do aparelho e repetir o procedimento de centrifugação se após o procedimento do ensaio, a coluna não estiver bem delineada;
- Reiniciar o ensaio caso este tratamento não seja satisfatório;
- Fazer a leitura da gordura imediatamente após retirar o butirômetro da centrífuga com aquecimento;
- Registrar as leituras no formulário “Dados brutos”, Anexo A do POP POA/SLAV/15.

1.3. DETERMINAÇÃO DE LIPÍDIOS EM LEITE FLUIDO PELO MÉTODO DE GERBER

1.3.1. Princípio

Este método tem como objetivo descrever os procedimentos para o ensaio “Determinação de Lipídios em Leite Fluido pelo Método de Gerber”. É aplicável para leite fluido in natura ou nas apresentações integrais e semidesnatadas, tratadas por processos de UHT ou pasteurização. Devido ao baixo teor de gordura no leite fluido desnatado, este MET não é aplicável para esta matriz. Neste caso, utilizar o método de *Roesse-Gottlieb* (BRASIL, 2014).

1.3.2. Materiais

1.3.3. Equipamentos

- I. Centrífuga de Gerber ou Centrífuga de Gerber com aquecimento;
- II. Banho-maria com temperatura de $65\pm 2^{\circ}\text{C}$ (necessário se usar centrífuga de Gerber sem aquecimento).

1.3.3.1. Vidrarias e utensílios

- I. Butirômetro de Gerber para leite (graduação 0 a 8%) com rolhas;
- II. Medidores automáticos de 1 e 10 mL;
- III. Pipeta volumétrica de 11 mL;
- IV. Papel absorvente;
- V. Toalha de algodão;
- VI. Termômetro para leituras na faixa de 50 a 70° C com divisão de pelo menos 1° C, calibrado.

1.3.3.2. Reagentes

- I. Solução de ácido sulfúrico (H_2SO_4) densidade de 1,820 a 1,825 a 20°C;
- II. Álcool isoamílico ($C_5H_{12}O$) densidade de 0,81 a 20° C.

1.3.4. Metodologia

- Adicionar a um butirômetro, 10 mL da solução de ácido sulfúrico;
- Transferir 11 mL de amostra homogeneizada, para o butirômetro lentamente e pela parede deste, para evitar sua mistura com o ácido;
- Acrescentar 1 mL de álcool isoamílico;
- Limpar as bordas do butirômetro com papel absorvente e fechar com rolha apropriada;
- Envolver o butirômetro em um pano, colocando o bulbo maior na palma da mão de forma tal que o dedo polegar exerça pressão sobre a tampa, impedindo sua projeção; agitar o butirômetro, de modo a promover a mistura completa dos líquidos no interior do aparelho, tomando precauções para evitar acidentes e mantendo o polegar sobre a tampa;
- Centrifugar de 1000 a 1200 r.p.m. (ver IU POA/07 ou IU POA/08);

- Centrífuga de Gerber: centrifugar durante 15 minutos e transferir para banho-maria a $65 \pm 2^\circ\text{C}$ por 10 minutos; repetir as operações de centrifugação e de aquecimento.
- Centrífuga de Gerber com aquecimento: centrifugar por 20 minutos;
- Para realizar a leitura, o butirômetro é mantido elevado em posição vertical, de modo que o menisco da coluna de gordura se encontre ao nível dos olhos. Ajustar a posição da coluna de gordura sobre a escala do butirômetro, com auxílio da rolha, e ler o percentual de gordura no sentido de baixo para cima até ponto mais baixo do menisco (ver figura 3). Este procedimento é realizado imediatamente após retirar o aparelho do banho-maria ou da centrífuga com aquecimento.

1.4. DETERMINAÇÃO DE ACIDEZ TITULÁVEL EM LEITE FLUÍDO

1.4.1. Princípio

Este documento descreve os procedimentos para o ensaio de determinação de acidez titulável em leite fluido. É aplicável para leite fluido em todas as suas formas de apresentação (BRASIL, 2013).

1.4.2. Materiais

1.4.2.1. Vidrarias e utensílios

- I. Erlenmeyer de 125 mL ou vidraria similar;
- II. Bureta de 10 mL;
- III. Pipeta volumétrica de 10 mL;
- IV. Proveta de 20 mL;
- V. Pipeta graduada de 1 mL.

1.4.2.2. Reagentes

- I. Solução de hidróxido de sódio (NaOH) a 0,1 N;
- II. Solução alcoólica de fenolftaleína ($\text{C}_{20}\text{H}_{14}\text{O}_4$) a 1 % (m/v).

3) Padrão de coloração:

- a) dissolver 0,12 g de rosanilina (fucsina C.I.42510) ($C_{20}H_{20}ClN_3$) p.a. em 50 mL de álcool etílico (C_2H_5OH) p.a. contendo 0,5 mL de ácido acético (CH_3COOH) p.a.;
- b) completar o volume para 100 mL com álcool etílico p.a.;
- c) adicionar 0,3 mL dessa solução a 20 mL de amostra diluída com 40 mL de água. Homogeneizar a solução e adotar a coloração como referência para o término da titulação.

1.4.3. Metodologia

- Transferir 10 mL da amostra para um erlenmeyer de 125 mL e diluir com 20 mL de água;
- Adicionar 1 mL de solução alcoólica de fenolftaleína a 1% e titular com solução de hidróxido de sódio 0,1 N até a primeira coloração rosa forte persistente por aproximadamente 30 segundos.

1.4.3.1. Cálculo

$$\% \text{ de ácido láctico} \left(\frac{m}{v} \right) = \frac{V \times F \times 0,09 \times N \times 100}{v}$$

Onde:

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

v = volume da amostra, em mL;

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

0,09 = fator de conversão do ácido láctico;

N = normalidade de solução de hidróxido de sódio 0,1 N.

1.4.3.2. Resultado

O leite de vaca normalmente apresenta pH entre 6,6 e 6,8 e acidez titulável entre 0,14 a 0,18 % em ácido láctico, enquanto que o leite

de cabra deve apresentar acidez entre 0,13 a 0,18%. A faixa normal para a acidez titulável de leite de cabra cru congelado varia de 0,11% a 0,18%, expressa em ácido láctico. Sempre que o resultado estiver fora da faixa normal, repetir o ensaio com outra alíquota da amostra.

1.5. DETERMINAÇÃO DE DENSIDADE EM LEITE FLUIDO COM USO DO TERMOLACTODENSÍMETRO

1.5.1. Princípio

A imersão de um densímetro de massa constante no líquido provoca deslocamento de uma quantidade deste, que é, em volume, igual a do densímetro utilizado e, em massa, proporcional à densidade da amostra. Esse deslocamento faz o líquido alcançar um valor na escala graduada em graus densitométricos. A densidade do leite depende diretamente da matéria dissolvida e suspensa no volume pesquisado, isto é, do extrato seco desengordurado, gordura e água. Um leite com baixo teor em gordura apresenta maior densidade, enquanto que uma amostra com alto teor de gordura mostra menor densidade. Por outro lado, uma amostra de leite com maior quantidade de água (como por exemplo, no caso de fraude por adição de água no leite) tem densidade menor do que a amostra normal. Isto acontece porque a densidade da água¹ é menor quando comparada ao leite e o resultado final tende a se aproximar do valor da água (BRASIL, 2013).

1.5.2. Materiais

1.5.2.1. Equipamentos

- I. Termolactodensímetro.

1.5.2.2. Vidrarias e utensílios

- I. Proveta de 500 mL;
- II. Papel absorvente.

1.5.3. Metodologia¹

- Transferir cerca de 500 mL de leite para uma proveta, evitando incorporação de ar e formação de espuma;
- Introduzir o termolactodensímetro perfeitamente limpo e seco na amostra, deixar flutuar sem que este encoste à parede da proveta. Observar a densidade aproximada, erguer cuidadosamente o termolactodensímetro e enxugar sua haste com papel absorvente, retornando o aparelho à posição anteriormente observada;
- Deixar em repouso por 1 a 2 minutos e fazer a leitura da densidade na cúspide do menisco.

1.6. DETERMINAÇÃO DE GLICÍDIOS REDUTORES EM LACTOSE PELO MÉTODO DE LANE-EYNON EM LEITE

1.6.1. Princípio

A lactose é o principal carboidrato presente no leite dos mamíferos, representando aproximadamente a metade dos sólidos não gordurosos. Este carboidrato, fundamental no processo de acidificação do leite (fermentação e maturação), contribui com o valor nutricional e está relacionada com a textura, cor e sabor do produto. A sua determinação é importante para o estabelecimento do valor nutritivo e composição centesimal do leite e, conseqüente enquadramento nos padrões de qualidade (BRASIL, 2013).

1.6.2. Materiais

1.6.2.1. Equipamentos

- I. Balança analítica;
- II. Bico de Bunsen.

¹Observar a temperatura sempre que possível e fazer a leitura da densidade a 15°C. Pode-se fazer a correção para 15°C acrescentando à leitura 0,0002 para cada grau acima de 15°C ou subtraindo 0,0002 para cada grau abaixo. De qualquer forma, não se faz leituras de densidade em amostras com temperatura inferior a 10°C ou superior a 20°C.

1.6.2.2. Vidrarias e utensílios

- I. Balão volumétrico de 250 mL;
- II. Béquer de 50 mL ou similar;
- III. Bastão de vidro;
- IV. Bureta de 25 ou 50 mL;
- V. Erlenmeyer de 250 mL;
- VI. Funil;
- VII. Papel de filtro qualitativo;
- VIII. Pipeta volumétrica de 5 mL;
- IX. Pipeta graduada de 10 mL ou similar;
- X. Proveta de 50 mL ou similar;
- XI. Tripé;
- XII. Tela de amianto ou similar;
- XIII. Suporte universal;
- XIV. Garra metálica.

1.6.2.3. Reagentes

- I. Álcool isoamílico;
- II. Solução de azul de metileno ($C_{16}H_{18}ClN_3 \cdot 3H_2O$) a 1 % (m/v);
- III. Solução de ferrocianeto de potássio trihidratado ($K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$) a 15 % (m/v);
- IV. Solução de hidróxido de sódio (NaOH) a 40 % (m/v);
- V. Solução de sulfato de zinco heptahidratado ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$) ou solução de acetato de zinco dihidratado ($(CH_3COO)_2Zn \cdot 2H_2O$) a 30 % (m/v);
- VI. Solução de Fehling A;
- VII. Solução de Fehling B.

1.6.3. Metodologia

- Pesar exatamente entre 10 a 20 g de leite fluido ou entre 2,0 à 2,5 g de leite em pó;
- Transferir quantitativamente a amostra para um balão volu-

- métrico de 250 mL com auxílio de um bastão de vidro e água.
- Adicionar 6 mL de solução de ferrocianeto de potássio a 15 % e 6 mL de solução de sulfato ou acetato de zinco a 30 %. Agitar (se formar espuma, adicionar 1 gota de álcool isoamílico) e completar o volume com água;
 - Deixar sedimentar (entre 30-60 minutos) e filtrar em papel de filtro recolhendo o filtrado em erlenmeyer;
 - Transferir o filtrado obtido para uma bureta de 25 ou 50 mL;
 - Pipetar volumetricamente 5 mL da solução de Fehling A e 5 mL de solução de Fehling B para um erlenmeyer (fazer em duplicata);
 - Adicionar cerca de 40 mL de água. Aquecer até a ebulição e gotejar a solução da amostra, sem agitação, até que o líquido sobrenadante fique levemente azulado. Manter a ebulição e adicionar 1 gota de solução de azul de metileno a 1 % e continuar até descoloração do indicador.

1.6.3.1. Cálculos

$$\% \text{ glicídios redutores em lactose} = \frac{100 \times 250 \times (T/2) \times 1,39}{V \times m}$$

Onde:

T = título da solução de Fehling;

V = volume de amostra gasto na titulação, em mL;

m = massa da amostra em gramas

1,39 = fator de conversão da glicose em lactose.

Como a determinação é feita em duplicata, expressar o resultado da média com uma casa decimal.

1.7. DETERMINAÇÃO DO EXTRATO SECO TOTAL E DESENGORDURADO EM LEITE FLUIDO POR MÉTODO GRAVIMÉTRICO

1.7.1. Princípio

O fundamento da metodologia consiste na perda da umidade e voláteis por dessecação e pesagem do resíduo assim obtido (método gravimétrico). A determinação do teor de sólidos totais é obtida através da secagem de uma quantidade de leite à temperatura de 100-104° C até massa constante. Os sólidos desengordurados são calculados a partir dos dados de teor de gordura e de sólidos totais (BRASIL, 2013).

1.7.2. Materiais

1.7.2.1. Equipamentos

- I. Balança analítica;
- II. Chapa aquecedora;
- III. Estufa;
- IV. Termômetro escala -10°C a +150°C calibrado.

1.7.2.2. Vidrarias e utensílios

- I. Cápsula de alumínio com tampa com 20 a 25 mm de altura e 50 a 75 mm de diâmetro;
- II. Dessecador;
- III. Pipeta graduada de 5 mL ou vidraria/equipamento volumétrico similar;
- IV. Tenaz metálica.

1.7.3. Metodologia²

- Aquecer a cápsula e a tampa em estufa a $102 \pm 2^\circ \text{C}$ por no mínimo 1 hora. Todas as etapas abaixo são realizadas com auxílio de tenaz metálica;
- Colocar a tampa na cápsula, esfriar em dessecador até temperatura ambiente (no mínimo 30 minutos) e pesar. Anotar a massa como m_0 ;

²Para a determinação da porcentagem de extrato seco desengordurado é necessário determinar a porcentagem de gordura no leite.

- Pesar exatamente cerca de 5 g de leite fluido homogeneizado. Anotar a massa como m_1 . Inclinando a cápsula para espalhar a porção por igual no fundo;
- Pré-aquecer a cápsula por 30 minutos em chapa aquecedora até formação de um filme de coloração leitosa;
- Colocar a cápsula, com a sua tampa ao lado, em estufa $102 \pm 2^\circ \text{C}$ por um período de 2-3 horas;
- Após este período, colocar a tampa sobre a cápsula e retirar o conjunto da estufa deixando esfriar em dessecador à temperatura ambiente (no mínimo 30 minutos) e pesar;
- Repetir a operação de aquecimento por 1 hora (conforme etapa 5), esfriar (conforme etapa 6) e pesar.
- Repetir a etapa 7 até que a diferença entre as duas pesagens consecutivas não exceda a 1 mg. O menor valor entre estas duas pesagens é anotado como m_2 .

1.7.3.1. Cálculo Extrato Seco Total (EST)

$$\% \text{ EST} = \left[\frac{(m_2 - m_0)}{(m_1 - m_0)} \right] \times 100$$

Onde:

m_0 = massa da cápsula e tampa, em gramas;

m_1 = massa da cápsula, tampa e amostra, em gramas;

m_2 = massa da cápsula, tampa e amostra seca, em gramas.

1.7.3.2. Cálculo Extrato Seco Desengordurado (ESD)

$$\% \text{ EDS} = \% \text{ EST} - \% \text{ G}$$

Onde:

EST = extrato seco total, em percentual (utilizar o valor da média);

G = gordura, em percentual.

1.7.4. Legislação

Os requisitos para identidade e qualidade estabelecidos na legislação brasileira para o leite são apresentados na tabela abaixo:

Quadro 1. Requisitos para identidade e qualidade do leite

TIPO DE LEITE	ESD (g/100 g)
Cru	Mínimo 8,4
Leite esterilizado (UHT) – Integral	Mínimo 8,2
Leite esterilizado (UHT) - Semi-desnatado	Mínimo 8,3
Leite esterilizado (UHT) – Desnatado	Mínimo 8,4
Leite pasteurizado	Mínimo 8,4 ³

Fonte: BRASIL, 2013

1.8. DETERMINAÇÃO DO ÍNDICE CRIOSCÓPICO

1.8.1. Princípio

A determinação do índice crioscópico consiste no super resfriamento de uma alíquota de 2,5 mL de leite até -3°C, seguido de uma imediata cristalização desta amostra, induzida por vibração mecânica. Isto produz uma elevação rápida de temperatura da amostra de leite, com conseqüente liberação de calor de fusão até alcançar o “plateau” que corresponde ao índice de crioscopia da amostra ou ao ponto de equilíbrio entre os estados líquido e de congelamento (BRASIL, 2011).

1.8.2. Materiais

³Teor mínimo de SNG, com base no leite integral. Para os demais teores de gordura, esse valor é corrigido pela seguinte fórmula: $SNG = 8,652 - (0,084 \times G)$, onde SNG= sólidos não gordurosos (g/100g) e G= gordura (g/100g).

1.8.2.1. Equipamentos

- I. Crioscópio eletrônico.

1.8.2.2. Vidrarias e utensílios

- I. Pipeta graduada de 5 mL ou material volumétrico similar;
- II. Cubeta de vidro.

1.8.2.3. Reagentes

- I. Solução refrigerante: etilenoglicol 70%;
- II. Soluções de cloreto de sódio (NaCl) a 0,8646 % (m/v) (ponto de congelamento de $-0,530^{\circ}$ H ou $-0,512^{\circ}$ C) e a 1,0155 % (m/v) (ponto de congelamento de $-0,621^{\circ}$ H ou $-0,600^{\circ}$ C);
- III. Água destilada ($0,000^{\circ}$ H).

1.8.3. Metodologia⁴

- Pipetar 2,5 mL da amostra de leite para a cubeta (ensaio em duplicata). Repetir o mesmo procedimento para cada padrão e para água destilada (triplicata dos tubos) – conforme tabela abaixo.
- Colocar as cubetas na geladeira por aproximadamente 1 hora para que todas fiquem na mesma temperatura.

Leite fluido (UHT, pasteurizado e cru)	Água	Padrão ($-0,530^{\circ}$ H)	Padrão ($-0,621^{\circ}$ H)
Cubeta 1	Cubeta 1	Cubeta 1	Cubeta 1
Cubeta 2	Cubeta 2	Cubeta 2	Cubeta 2
	Cubeta 3	Cubeta 3	Cubeta 3

- Começar a verificação do equipamento com o 1º tubo de água destilada. Se a leitura for adequada, isto é, $0,000 \pm 2$ miligraus, passar para o próximo passo. Caso contrário, repetir a leitura

⁴ Para obter um teste satisfatório é necessário que os resultados sejam próximos, com uma tolerância de mais ou menos 2 miligraus ($\pm 0,002^{\circ}$ H).

com a 2º cubeta e assim por diante. Pode ser necessário realizar o ajuste. Neste caso, registrar a leitura no campo adequado.

- Fazer a verificação do equipamento com a 1º cubeta da solução padrão -0,621º H. Se a leitura for adequada, passar para o próximo passo. Caso contrário, repetir a leitura com a 2º cubeta e assim por diante. Se o analista fizer o ajuste, registrar a leitura no campo específico.
- Conferir a leitura com o padrão intermediário -0,530º H. Caso a leitura seja adequada, realizar o ensaio com as amostras. Caso contrário, repetir os procedimentos de verificação e ajuste com água destilada e solução padrão -0,621º H.

1.8.3.1. Cálculo

$$DPC = \text{media das leituras (ºH)}$$

Onde:

DPC=é depressão do ponto de congelamento.

O ponto de congelamento máximo aceito pela legislação brasileira é -0,530º H, equivalente a -0,512°C para o leite de vaca e entre -0,550 a 0,585º H para o leite de cabra.

1.9. DETERMINAÇÃO DA ESTABILIDADE AO ETANOL A 68%

1.9.1. Princípio

Este método objetiva estimar a estabilidade térmica do leite por meio da reação com solução alcoólica. A ocorrência de coagulação se dá por efeito da elevada acidez ou desequilíbrio salino, quando se promove a desestabilização das micelas do leite pelo álcool (IAL, 2008).

1.9.2. Materiais

1.9.2.1. Vidrarias e utensílios

- I. Tubo de ensaio de 20 mL;

II. Suporte para tubos de ensaio e pipetas graduadas de 2 mL.

1.9.2.2. Reagentes

I. Álcool a 68% v/v.

1.9.3. Metodologia

Adicione, em um tubo de ensaio, utilizando pipetas, 2 mL de leite e 2 mL de álcool a 68%, misture cuidadosamente e observe.

1.9.4. Legislação

Instável= coagulado

Estável= sem coagulação

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BRASIL. **Depressão do Ponto de Congelamento do Leite Fluido**. MAPA/SDA/CGAL. Laboratório Nacional Agropecuário - LANAGRO/RS. Laboratório de Produtos de Origem Animal. Método de Ensaio – MET. Código: MET POA/10/01/01. Página 1 de 7. Emissão: 04/10/11. Disponível em: <http://www.agricultura.gov.br/arq_editor/file/Aniamal/Laborat%C3%B3rios/Metodos%20IQA/POA/Leite%20e%20Produtos%20Lacteos/MET%20POA%2010%2001%20Crioscopia%20leite%20fluido.pdf>. Acesso em: 28 ago 2016.

BRASIL. **Determinação da Densidade em Leite Fluido com uso do Termolactodensímetro**. MAPA/SDA/CGAL. Laboratório Nacional Agropecuário - LANAGRO/RS. Laboratório de Produtos de Origem Animal. Método de Ensaio – MET. Código: MET POA/09/02/01. Página 1 de 5. Emissão: 27/09/2013. Disponível em: <http://www.agricultura.gov.br/arq_editor/file/Aniamal/Laborat%C3%B3rios/Metodos%20IQA/POA/Leite%20e%20Produtos%20Lacteos/MET%20POA%2009%2002%20Densidade%20leite%20fluido.pdf>. Acesso em: 28 ago 2016.

BRASIL. **Determinação de acidez titulável em leite fluido.** MAPA/SDA/CGAL. Laboratório Nacional Agropecuário - LANAGRO/RS. Laboratório de Produtos de Origem Animal. Método de Ensaio – MET. Código: MET POA/20/01/01. Página 1 de 4. Emissão: 22/04/2013. Disponível em:<http://www.agricultura.gov.br/arq_editor/file/Aniamal/Laborat%C3%B3rios/Metodos%20IQA/POA/Leite%20e%20Produtos%20Lacteos/MET%20POA%2020%2001%20Acidez%20em%20leite%20fluido.pdf>. Acesso em: 27 ago 2016.

BRASIL. **Determinação de glicídios redutores em lactose pelo Método de Lane-Eynon em Leite.** MAPA/SDA/CGAL. Laboratório Nacional Agropecuário - LANAGRO/RS. Laboratório de Produtos de Origem Animal. Método de Ensaio – MET. Código: MET POA/19/01/01. Página 1 de 7. Emissão: 22/04/2013. Disponível em:<http://www.agricultura.gov.br/arq_editor/file/Aniamal/Laborat%C3%B3rios/Metodos%20IQA/POA/Leite%20e%20Produtos%20Lacteos/MET%20POA%2019%2001%20Acucares%20em%20leite.pdf>. Acesso em: 27 ago 2016.

BRASIL. **Determinação de lipídios em leite e produtos lácteos pelo método butirométrico.** MAPA/SDA/CGAL Laboratório Nacional Agropecuário - LANAGRO/RS Laboratório de Produtos de Origem Animal/SLAV Método de Ensaio - MET Código: MET POA/SLAV/08/03/01 Página 1 de 10 Emissão: 17/07/2014. Disponível em:<http://www.agricultura.gov.br/arq_editor/file/Aniamal/Laborat%C3%B3rios/Metodos%20IQA/POA/Leite%20e%20Produtos%20Lacteos/MET%20POA%20SLAV%200803%20Determinacao%20de%20Lipidios%20em%20leite%20e%20produtos%20lacteos%20por%20butirometria.pdf>. Acesso em: 28 ago 2016.

BRASIL. **Determinação de umidade em produtos de origem animal por gravimetria.** MAPA/SDA/CGAL. Laboratório Nacional Agropecuário-LANAGRO/RS. Laboratório de Produtos de Origem Animal/SLAV. Método de Ensaio –MET. Código: MET POA/SLAV/27/03/01. Página 1 de 7. Emissão: 23/07/2014. Disponível em:<http://www.agricultura.gov.br/arq_editor/file/Aniamal/Laborat%C3%B3rios/Metods%20IQA/POA/Leite%20

e%20Produtos%20Lacteos/MET%20POA%20SLAV%2027%2003%20Determinacao%20de%20Umidade%20em%20Produtos%20de%20Origem%20Animal%20por%20Gravimetria.pdf>. Acesso em: 27 ago 2016.

BRASIL. Determinação do Extrato Seco Total e Desengordurado em Leite Fluido por Método Gravimétrico. MAPA/SDA/CGAL. Laboratório Nacional Agropecuário - LANAGRO/RS. Laboratório de Produtos de Origem Animal. Método de Ensaio – MET. Código: MET POA/08/02/02. Página 1 de 6. Emissão: 15/07/2013. Disponível em:<http://www.agricultura.gov.br/arq_editor/file/Aniamal/Laborat%C3%B3rios/Metodos%20IQA/POA/Leite%20e%20Produtos%20Lacteos/MET%20POA%2008%2002%20EST%20e%20ESD%20em%20leite%20fluido%20vers%C3%A3o%202.pdf>. Acesso em: 28 ago 2016.

BRASIL. Ministério da Agricultura, pecuária e Abastecimento. GABINETE DO MINISTRO INSTRUÇÃO NORMATIVA Nº 62, DE 29 DE DEZEMBRO DE 2011.

BRASIL. Pesquisa de Peroxidase em Leite Fluido. MAPA/SDA/CGAL. Laboratório Nacional. Agropecuário - LANAGRO/RS. Laboratório de Produtos de Origem Animal. Método de Ensaio – MET. Código: MET POA/14/01/03. Página 1 de 3. Emissão: 11/06/12. Disponível em:<http://www.agricultura.gov.br/arq_editor/file/Aniamal/Laborat%C3%B3rios/Metodos%20IQA/POA/Leite%20e%20Produtos%20Lacteos/MET%20POA%2014%2001%20Peroxidase%20em%20leite%20fluido.pdf>. Acesso em: 28 ago 2016.

CAPÍTULO 2

MANTEIGA

2. MANTEIGA

2.1. DEFINIÇÃO

Entende-se por manteiga, o produto gorduroso obtido exclusivamente pela bateção e malaxagem, com ou sem modificação biológica de creme pasteurizado derivado exclusivamente do leite de vaca, por promessa tecnologicamente adequados. A matéria gorda da manteiga deverá estar composta exclusivamente de gordura láctea (BRASIL, 1996).

2.1.1. Características físico-químicas para a manteiga

Quadro 2. Características da manteiga de acordo com a legislação

REQUISITOS	LIMITE	MÉTODO DE ANÁLISE
Matéria gorda(%m/m)	Min. 82(*)	FIL 80: 1977
Umidade (%m/m)	Máx. 16	FIL 80: 1977
Extrato seco desengordurado(%m/m)	Máx. 2	FIL 80:1977
Acidez na gordura (milimoles/100g de matéria gorda).	Máx.3	FIL 6B:1989
Índice de peróxido(meq. De peróxido/kg mat. Gorda.)	Máx. 1	AOAC 15 th Ed. 965.33

Fonte: BRASIL, 1996.

2.2. DETERMINAÇÃO DE LIPÍDIOS EM LEITE E PRODUTOS LÁCTEOS PELO MÉTODO BUTIROMÉTRICO

2.2.1. Princípio

Baseia-se na separação e quantificação da gordura por meio do tratamento da amostra com ácido sulfúrico e álcool isoamílico. O ácido digere as proteínas que se encontram ligadas à gordura, diminuindo a viscosidade do meio, aumentando a densidade da fase aquosa e fundindo a gordura, devido a liberação do calor proveniente da reação, o que

favorece a separação da gordura pelo extrator (álcool isoamílico) o qual modifica a tensão superficial do meio (BRASIL, 2014).

2.2.2. Materiais

2.2.2.1. Equipamentos

- I. Centrífuga com aquecimento;
- II. Balança analítica;
- III. Banho-maria;
- IV. Chapa aquecedora;
- V. Densímetro.

2.2.2.2. Vidrarias e utensílios

- I. Butirômetro de Gerber para leite com rolhas;
- II. Butirômetro de Gerber para manteiga com rolhas;
- III. Butirômetro de Gerber para queijo com rolhas;
- IV. Butirômetro de Köhler com rolha;
- V. Bastão de vidro;
- VI. Bequer de 50 mL;
- VII. Espátula;
- VIII. Medidores automáticos de 1 e 10 mL;
- IX. Pipeta volumétrica de 11 mL;
- X. Pipetas graduadas de 1, 5 e 10 mL;
- XI. Papel absorvente;
- XII. Toalha de algodão.

2.2.2.3. Reagentes

- I. Ácido sulfúrico (H_2SO_4);
- II. Álcool isoamílico ($C_5H_{12}O$).

2.2.3. Metodologia

- Realizar o ensaio em duplicata;
- Pesar exatamente 5 g da amostra homogeneizada, direta-

- mente no copo do butirômetro e adaptá-lo na parte inferior do mesmo, tampando de modo a obter-se boa vedação;
- Adicionar ao butirômetro 5 mL de água e em seguida, 10 mL da solução de ácido sulfúrico com densidade de 1,820 a 1,825 a 20°C;
 - Acrescentar 1 mL de álcool isoamílico e acrescentar água até a última marcação;
 - Limpar as bordas do butirômetro com papel absorvente e fechar com rolha apropriada;
 - Envolver o butirômetro em um pano, colocando o bulbo maior na palma da mão de forma tal que o dedo polegar exerça pressão sobre a tampa, impedindo sua projeção;
 - Agitar o butirômetro, de modo a promover a mistura completa dos líquidos no interior do aparelho, tomando precauções para evitar acidentes e mantendo o polegar sobre tampa;
 - Centrifugar por dez minutos à rotação de 1200 rpm;
 - Transferir para o banho-maria a 65°C por cinco minutos;
 - Repetir as operações de centrifugação e de incubação;
 - Retirar o butirômetro do banho-maria, ajustar a posição da coluna de gordura sobre a escala do butirômetro e ler a diferença entre o menisco superior da gordura e a interface gordura/ácido;
 - Adicionar mais álcool isoamílico caso a leitura da gordura fique fora da escala do butirômetro;
 - Misturar novamente o conteúdo do aparelho e repetir o procedimento de centrifugação e de banho-maria se após o procedimento do ensaio, a coluna não estiver bem delineada;
 - Reiniciar o ensaio caso este tratamento não seja satisfatório;
 - Fazer a leitura da gordura imediatamente após retirar o butirômetro do banho-maria.

2.3. DETERMINAÇÃO DE EXTRATO SECO DESENGORDURADO⁵

2.3.1. Princípio

Para determinar o extrato seco desengordurado, é necessário realizar a análise de umidade e a determinação de lipídios em leite e produtos lácteos pelo método butirométrico (BRASIL, 2014).

2.3.2. Metodologia

2.3.2.1. Cálculo

$$\% \text{ ESD} = 100 - (\% \text{Umidade} + \% \text{Lipídios})$$

Onde:

% umidade = percentual médio de umidade (%);

% lipídios = percentual médio de lipídios (%).

2.4. DETERMINAÇÃO DE UMIDADE

2.4.1. Princípio

A umidade é determinada pela perda de massa em condições na qual água e substâncias voláteis são removidas por evaporação em estufa de secagem (BRASIL, 2014).

2.4.2. Materiais

2.4.2.1. Equipamentos

- I. Balança analítica;
- II. Estufa de secagem.

2.4.2.2. Vidrarias e utensílios

- I. Cápsulas de alumínio ou de porcelana;
- II. Colher de metal;
- III. Dessecador;
- IV. Pinça metálica.

⁵Segundo Metodologia “DETERMINAÇÃO DE LIPÍDIOS EM LEITE E PRODUTOS LÁCTEOS PELO MÉTODO BUTIROMÉTRICO (BRASIL, 2014)”.

2.4.3. Metodologia⁶

- Secar cápsulas de alumínio ou porcelana em estufa a $102 \pm 2^\circ\text{C}$ durante uma hora.
- Esfriar em dessecador e pesar;
- Pesar 5 g da amostra e homogeneizada e levar à estufa;
- Tempo em estufa até a primeira pesagem 3 horas;
- Tempo até a segunda pesagem: 1 hora;
- Tempo, na estufa, entre pesagens até massa constante 30 minutos;
- Esfriar em dessecador e pesar;
- Repetir as operações de secagem, esfriando em dessecador, até que o valor entre as pesagens seja inferior a 0,1% da massa inicial da amostra.

2.4.3.1. Cálculo

$$\% \text{Umidade} (\text{g} / 100\text{g}) = \frac{(MA - MB)}{MC} \times 100$$

Onde:

MA = massa da cápsula + amostra (g);

MB = massa da cápsula + amostra após secagem (g);

MC = massa de amostra.

2.5. DETERMINAÇÃO DE ACIDEZ

2.5.1. Princípio

Consiste na titulação de determinada massa de gordura filtrada, dissolvida em solvente apropriado por uma solução alcalina de concentração conhecida, utilizando como indicador fenolftaleína (BRASIL, 2014).

2.5.2. Materiais

⁶Para produtos lácteos, a secagem deve ser conduzida sem que haja escurecimento da amostra.

2.5.2.1. Equipamentos

- I. Balança analítica;
- II. Estufa ou banho-maria.

2.5.2.2. Vidrarias e utensílios

- I. Béqueres de 100 e 250 mL;
- II. Bureta de 25 mL;
- III. Funil;
- IV. Papel de filtro qualitativo;
- V. Proveta de 50 mL.

2.5.2.3. Reagentes

- I. Solução de álcool etílico (C_2H_5OH) e éter etílico ($C_4H_{10}O$) (1+2) neutralizada;
- II. Solução alcoólica de fenolftaleína ($C_{20}H_{14}O_4$) a 1 % (m/v);
- III. Solução de hidróxido de sódio (NaOH) 0,1 N.

2.5.3. Metodologia

- Fundir uma determinada quantidade da amostra em estufa a 40 – 50°C em béquer;
- Deixar que ocorra a separação de fase e filtrar a fase lipídica em papel de filtro, recebendo em outro béquer;
- Pesar uma alíquota de aproximadamente 5 g da gordura filtrada, em béquer de 250 mL, acrescentar cerca de 40 mL de solução álcool etílico e éter etílico (1+2) neutralizada;
- Adicionar 5 gotas de solução alcoólica de fenolftaleína a 1 % e titular com solução de hidróxido de sódio 0,1 N, até leve coloração rósea, persistente por 15 a 20 segundos.

2.5.3.1. Cálculos

$$(\text{SAN})\% = \frac{V \times f \times N \times 100}{m}$$

Onde:

SAN=Solução Alcalina Normal

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

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

N = normalidade da solução de hidróxido de sódio 0,1N;

m = massa da gordura, em gramas.

2.6. DETERMINAÇÃO DE ÍNDICE DE PERÓXIDO

2.6.1. Princípio

Este método tem por objetivo determinar o índice de peróxidos de produtos de origem animal, indicando o grau de oxidação da gordura animal. A oxidação da gordura é um processo auto catalítico que se desenvolve em aceleração crescente(BRASIL, 2014).

2.6.2. Materiais

2.6.2.1. Equipamentos

- I. Balança analítica e semi-analítica;
- II. Chapa aquecedora;
- III. Cronômetro

2.6.2.2. Materiais

- I. Bureta de 25mL;
- II. Cápsula de porcelana;
- III. Erlenmeyer de 250 mL;
- IV. Erlenmeyer de 500 mL de boca esmerilhada;
- V. Estufa;
- VI. Pipeta volumétrica de 25 mL;
- VII. Provetas de 50 mL, 500 mL e 1000 mL.

2.6.2.3. Reagentes

- I. Ácido acético (CH_3COOH) p.a.;
- II. Ácido clorídrico (HCl) 37%;
- III. Amido solúvel p.a.;
- IV. Clorofórmio (CHCl_3) p.a.;
- V. Iodeto de potássio (KI) p.a.;
- VI. Sulfato de sódio anidro (Na_2SO_4) p.a.;
- VII. Tiosulfato de sódio ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) p.a.
- VIII. Dicromato de potássio ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) padrão primário.

2.6.3. Metodologia

- Transferir porções de partes diversas da amostra previamente preparada para béquer de 250 mL;
- Colocar em estufa a 50°C ;
- Fundir a amostra e deixar separar as camadas;
- Filtrar em papel qualitativo recebendo a gordura filtrada em béquer de 100 mL;
- Pesar cerca de 5 g de gordura em frasco para determinação de índice de peróxidos;
- Adicionar 30 mL de mistura clorofórmio e ácido acético (1+3) e agitar para dissolver; Adicionar 0,5 mL de solução saturada de iodeto de potássio, agitar e deixar em repouso por 1 minuto na ausência de luz;
- Adicionar 30mL de água, não ocorrendo alteração de cor ou de sua intensidade, adicionar 0,5mL da solução indicadora de amido e titular com solução de tiosulfato de sódio 0,1 M ou 0,01 M, sob agitação constante até o completo desaparecimento da coloração azul;
- Caso haja alteração da cor (amarelo escuro), ao adicionar água, titular previamente com solução de tiosulfato de sódio 0,1 M ou 0,01 M até que a coloração tenha quase desapare-

cido, posteriormente, adicionar 0,5 mL de solução de amido indicadora e continuar a titulação até o completo desaparecimento da coloração azul;

- Preparar uma prova em branco, nas mesmas condições e titular.

2.6.3.1. Cálculos

O resultado a ser expresso é a média das duplicatas, em mEq/kg e deve ser calculado de acordo com a equação:

$$\text{Índice de peróxidos (mEq / Kg)} = \frac{(V - B) \times C \times F \times 1000}{m}$$

Onde:

V = volume (mL) de tiosulfato de sódio gasto na titulação da amostra;

B = volume da solução de tiosulfato de sódio gasto na titulação do branco, em mL;

C = Concentração da solução de tiosulfato de sódio;

f = fator de correção da solução de tiosulfato de sódio;

m = massa da amostra, em gramas, ou massa da amostra na alíquota.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BRASIL. Determinação de acidez de leite e produtos lácteos por titulometria. MAPA/SDA/CGAL Laboratório Nacional Agropecuário - LANAGRO/RS Laboratório de Produtos de Origem Animal/SLAV Método de Ensaio - MET Código: MET POA/SLAV/09/05/01 Página 1 de 11 Emissão: 16/07/2014. Disponível em:< http://www.agricultura.gov.br/arq_editor/file/Aniamal/Laborat%C3%B3rios/Metodos%20IQA/POA/Leite%20e%20Produtos%20Lacteos/MET%20POA%20SLAV%2009%2005%20Acidez%20leite%20e%20produtos%20lacteos.pdf>. Acesso em 30 agosto 2016.

BRASIL. Determinação de lipídios em leite e produtos lácteos pelo método butirométrico. MAPA/SDA/CGAL Laboratório Nacional Agropecuário - LANAGRO/RS Laboratório de Produtos de Origem Animal/SLAV Método de Ensaio - MET Código: MET POA/SLAV/08/03/01 Página 1 de 10 Emissão: 17/07/2014. Disponível em:< http://www.agricultura.gov.br/arq_editor/file/Aniamal/Laborat%C3%B3rios/Metodos%20IQA/POA/Leite%20e%20Produtos%20Lacteos/MET%20POA%20SLAV%200803%20Determinacao%20de%20Lipidios%20em%20leite%20e%20produtos%20lacteos%20por%20butirometria.pdf>. Acesso em 29 agosto 2016.

BRASIL. Determinação de lipídios em leite e produtos lácteos pelo método butirométrico. MAPA/SDA/CGAL Laboratório Nacional Agropecuário - LANAGRO/RS Laboratório de Produtos de Origem Animal/SLAV Método de Ensaio - MET Código: MET POA/SLAV/08/03/01 Página 1 de 10 Emissão: 17/07/2014. Disponível em:< http://www.agricultura.gov.br/arq_editor/file/Aniamal/Laborat%C3%B3rios/Metodos%20IQA/POA/Leite%20e%20Produtos%20Lacteos/MET%20POA%20SLAV%200803%20Determinacao%20de%20Lipidios%20em%20leite%20e%20produtos%20lacteos%20por%20butirometria.pdf>. Acesso em 29 agosto 2016.

BRASIL. Determinação de umidade em produtos de origem animal por gravimetria. MAPA/SDA/CGAL Laboratório Nacional Agropecuá-

rio - LANAGRO/RS Laboratório de Produtos de Origem Animal/SLAV Método de Ensaio - MET Código: MET POA/SLAV/27/03/01 Página 3 de 7 Emissão: 23/07/2014. Disponível em:< http://www.agricultura.gov.br/arq_editor/file/Aniamal/Laborat%C3%B3rios/Metodos%20IQA/POA/Leite%20e%20Produtos%20Lacteos/MET%20POA%20SLAV%2027%2003%20Determinacao%20de%20Umidade%20em%20Produtos%20de%20Origem%20Animal%20por%20Gravimetria.pdf>. Acesso em 30 agosto 2016.

BRASIL. Determinação do índice de peróxidos em produtos de origem animal por oxidimetria. MAPA/SDA/CGAL Laboratório Nacional Agropecuário - LANAGRO/RS Laboratório de Produtos de Origem Animal/SLAV Método de Ensaio - MET Código: MET POA/SLAV/29/02/01 Página 1 de 10 Emissão: 25/07/2014. Disponível em:< http://www.agricultura.gov.br/arq_editor/file/Aniamal/Laborat%C3%B3rios/Metodos%20IQA/POA/Leite%20e%20Produtos%20Lacteos/MET%20POA%20SLAV%2029%2002%20Indice%20de%20peroxidos.pdf>. Acesso em 30 agosto 2016.

BRASIL. Ministério da Agricultura do Abastecimento e da Reforma Agrária. GABINETE DO MINISTRO. PORTARIA Nº 146 DE 07 DE MARÇO DE 1996.

CAPÍTULO 3

LEITE EM PÓ

3. LEITE EM PÓ

3.1. DEFINIÇÃO

Entende-se por Leite em Pó o produto obtido por desidratação do leite de vaca integral, desnatado ou parcialmente desnatado e apto para alimentação humana, mediante processos tecnologicamente adequados (BRASIL, 2006).

3.1.1. Características físico-químicas do leite em pó

Quadro 3. Classificação do leite em pó pelo teor de gordura

Tipo	% teor de gordura
Leite em pó desnatado	Max. 1,5%
Leite em pó parcialmente desnatado	1,5% a 25,9%
Leite em pó integral	Min. 26%

Fonte: BRASIL, 2006.

3.2. DETERMINAÇÃO DE ACIDEZ TITULÁVEL

3.2.1. Princípio

Consiste na titulação de determinada massa da amostra reconstituída, por uma solução alcalina de concentração conhecida, utilizando como indicador a fenolftaleína (BRASIL, 2006).

3.2.2. Materiais

3.2.2.1. Equipamentos

- I. Balança analítica

3.2.2.2. Vidrarias e utensílios

- I. Béquer de 250 mL;
- II. Bureta de 10 mL;
- III. Proveta de 50 mL.

3.2.2.3. Reagentes

- I. Solução de Hidróxido de Sódio (NaOH) a 0,1 N;
- II. Solução alcoólica de fenolftaleína (C₂OH₁₄O₄) a 1% (m/v).

3.2.3. Metodologia

- Pesar cerca de 5 g de leite em pó;
- Diluir em 35 mL de água para leite integral, ou 50 mL de água para leite desnatado;
- Adicionar 10 gotas de solução alcoólica de fenolftaleína a 1 %;
- Titular com solução de hidróxido de sódio 0,1 N até aparecimento de coloração rósea, tênue e persistente.

3.2.3.1. Cálculos

$$\% \text{ácido láctico no leite em pó} = \frac{V \times f \times 0,9}{m}$$

Onde:

V= Volume da solução de Hidróxido de Sódio 0,1 N gasto na titulação, em mL;

f= Fator de correção da solução de Hidróxido de Sódio 0,1 N;

0,9= Fator de conversão para ácido láctico;

m= Massa da amostra, em gramas.

3.3. DISPERSIBILIDADE DO LEITE EM PÓ INSTANTÂNEO

3.3.1. Princípio

Uma porção da amostra, com teor de umidade conhecido, é uniformemente espalhada na superfície da água a 25°C, a mistura é agitada manualmente por um curto período de tempo e parte da mistura é filtrada através de uma peneira, determinando-se o teor de sólidos totais do líquido recolhido após a filtração. A dispersibilidade é calculada a partir da massa da porção da amostra, bem como dos teores de umidade e de sólidos totais (BRASIL, 2006).

3.3.2. Materiais

3.3.2.1. Equipamentos

- I. Balança analítica;
- II. Balança semi-analítica;
- III. Cronômetro.

3.3.2.2. Vidrarias e utensílios

- I. Béquer (com bico) de 600 mL, diâmetro externo $90 + 2$ mm e altura média de $126 + 3$ mm, graduado a 150 e 250 mL, com a borda formando um plano horizontal paralelo ao da base;
- II. Erlenmeyer com tampa de 250 mL;
- III. Espátula com formato de colher;
- IV. Espátula de aço inoxidável com 1 mm de espessura, comprimento total de 250 mm, comprimento da lâmina de 135 mm e largura da lâmina de 25 mm;
- V. Frasco com tampa que permita vedação hermética e com capacidade duas vezes superior ao volume da amostra;
- VI. Funil de vidro;
- VII. Papel toalha;
- VIII. Peneira com diâmetro de 200 mm e malha metálica com abertura 150 μ m com bandeja;
- IX. Pincel de pelos;
- X. Placa de vidro com 120 x 120 mm de lado e 2,5 mm de espessura com bordas esmerilhadas;
- XI. Suporte para tubos de vidro com base metálica;
- XII. Termômetro;
- XIII. Tubo de vidro com comprimento de 65 mm, diâmetro externo de $80 + 1,8$ mm, espessura da parede de $2,5 + 0,3$ mm, sem fundo, com extremidades esmerilhadas paralelas formando ângulos retos com eixo longitudinal.

3.3.3. Metodologia

- Transferir cuidadosamente uma porção de leite em pó instantâneo para um frasco com tampa hermética e com capacidade de 2 vezes superior ao volume da amostra;
- Misturar cuidadosa e totalmente a amostra por inversão e rotação do frasco;
- A amostra deverá permanecer a temperatura do laboratório por no mínimo 48 horas;
- Paralelamente determinar o teor de sólidos totais da amostra;
- Pesar uma alíquota de $26 + 0,1$ g de leite em pó desnatado instantâneo ou $34 + 0,1$ g de leite em pó integral instantâneo;
- Conduzir o teste em duplicata. Pesar $250 + 0,1$ g de água a $25 + 1^{\circ}\text{C}$ em um béquer de 600 mL, tendo o cuidado para que a parte interna do béquer acima do nível da água permaneça seca;
- Colocar o béquer na base do suporte do tubo de vidro;
- Colocar a placa de vidro centralizada sobre o béquer e instalar o tubo de vidro sobre a placa fixando-o com um gancho de tal forma que fique centralizado sobre o béquer e que deixe a placa de vidro livre o suficiente para ser retirada;
- Transferir a porção pesada da amostra para o tubo de vidro, usando a escova se necessário e distribuir a amostra uniformemente sobre a placa de vidro com a ajuda da espátula;
- Acionar o cronômetro e, após exatamente 1 minuto, retirar a placa de vidro com uma das mãos, segurando o béquer com a outra de modo que a amostra caia progressivamente sobre a superfície da água contida no béquer;
- A retirada da placa deve ser conduzida através de movimento contínuo e suave, sendo concluída dentro de aproximadamente 2,5 segundos;

- Remover imediatamente o béquer de debaixo do tubo e, quando o ponteiro principal do cronômetro indicar 5 segundos, inserir a espátula no béquer até tocar o fundo;
- Durante os próximos 5 segundos, agitar o conteúdo do béquer com a espátula, fazendo um movimento completo por segundo, isto é, levando a espátula de um ponto ao outro diametralmente oposto e retornando à posição inicial;
- A extremidade da espátula deverá estar sempre tocando o fundo do béquer;
- Inclinar ligeiramente a espátula ao final de cada metade do seu movimento completo, para minimizar o acúmulo de leite em pó não umedecido junto à parede do béquer;
- Sem interrupção, continuar a agitação por mais 15 segundos, da mesma maneira, deixando a espátula sempre na posição vertical;
- No mesmo tempo em que estiver sendo feito o movimento com a espátula, o béquer deverá ser girado aos poucos, de forma que, ao final dos 20 segundos de tempo total de agitação da amostra na água, o béquer desenvolva um giro de 360 °C;
- Concluída a agitação, deixar o conteúdo do béquer em repouso por 30 segundos, ou seja, até que o ponteiro principal do cronômetro atinja 55 segundos;
- Em seguida, sem produzir qualquer distúrbio no sedimento, verter na peneira, da maneira mais uniforme possível, a camada superior do líquido até que este atinja a marca de 150 mL. Debaixo da peneira estará adaptado o vasilhame receptor;
- O conjunto peneira/receptor não deverá ser inclinado ou movido durante a filtração;

- Para facilitar a passagem do líquido durante a filtração, a peneira deverá ser umedecida com água antes do seu uso, retirando-se o excesso de água com um papel toalha;
- As superfícies superior e inferior da malha metálica deverão ser apenas superficialmente enxutas, ao passo que o vasilhame receptor deverá permanecer limpo e seco antes do seu uso;
- Trinta segundos após o início da operação de filtração através da peneira, ou seja, quando o ponteiro principal do cronômetro tiver retornado à posição de 25 segundos, transferir, tão completamente quanto possível, o conteúdo do vasilhame receptor para um erlenmeyer por intermédio de um funil, fechando, a seguir, o erlenmeyer com sua tampa;
- Misturar completamente o líquido no frasco mediante repetidas inversões deste último;
- Determinar, neste material, o teor de sólidos totais, em duplicata, extraindo a média das duas determinações.

3.3.3.1. Cálculos

Calcular o valor de cada duplicata da determinação da dispersibilidade, em porcentagem, usando as fórmulas abaixo.

a) Leite em pó desnatado instantâneo

$$D = \frac{S \times 962}{100 - (U + S)}$$

b) Leite em pó integral instantâneo

$$D = \frac{S \times 735}{100 - (U + S)}$$

Onde:

D= % dispersibilidade;

S= % de sólidos totais do líquido obtido na filtração, (m/m);

U= % de umidade, (m/m).

A diferença entre valores obtidos em duplicata para a dispersibilidade não deverão exceder a 4 %.

3.4. GLICÍDIOS REDUTORES EM LACTOSE, GLICÍDIOS NÃO REDUTORES EM SACAROSE E AMIDO - Método A: Lane-Eynon

3.4.1. Princípio

Fundamenta-se na redução dos íons cúpricos a íons cuprosos pelo açúcar redutor em meio alcalino, a quente (BRASIL, 2006).

3.4.2. Materiais

3.4.2.1. Equipamentos

- I. Balança analítica;
- II. Placa aquecedora;
- III. Banho-maria.

3.4.2.2. Vidrarias e utensílios

- I. Balão volumétrico de 100 e 250 mL;
- II. Béquer de 150 mL;
- III. Bureta de 50 mL;
- IV. Condensador;
- V. Erlenmeyer de 250 mL;
- VI. Funil;
- VII. Papel de filtro qualitativo;
- VIII. Papel indicador de pH;
- IX. Pipetas volumétricas de 2, 5 e 10 mL.

3.4.2.3. Reagentes

- I. Ácido clorídrico (HCl) P.A.;
- II. Álcool etílico (C₂H₅OH) P.A.;
- III. Solução de azul de metileno (C₁₆H₁₈ClN₃.3H₂O) a 1 % (m/v);

- IV. Solução de ferrocianeto de potássio trihidratado ($K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$) a 15 % (m/v);
- V. Solução de hidróxido de sódio (NaOH) a 40 % (m/v);
- VI. Solução de sulfato de zinco heptahidratado ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$) ou solução de acetato de zinco dihidratado ($(CH_3COO)_2Zn \cdot 2H_2O$) a 30 % (m/v);
- VII. Solução de Fehling A;
- VIII. Solução de Fehling B;
- IX. Padronização da solução de Fehling.

3.4.3. Metodologia

Glicídios redutores em lactose:

- Adicionar às amostras preparadas conforme os itens 3.1. a 3.4.; 5 mL de solução de ferrocianeto de potássio a 15 % e 5 mL de solução de sulfato ou acetato de zinco a 30 %;
- Agitar e completar o volume com água;
- Deixar sedimentar e filtrar em papel de filtro e receber o filtrado em erlenmeyer;
- Reservar o resíduo da filtração para análise de amido;
- Transferir o filtrado obtido para uma bureta de 50 mL;
- Pipetar volumetricamente para um erlenmeyer 5 mL da solução de Fehling A e 5 mL de solução de Fehling B;
- Adicionar 40 mL de água, aquecer até a ebulição e gotejar a solução da amostra, sem agitação, até que o líquido sobrenadante fique levemente azulado;
- Manter a ebulição e adicionar 1 gota de solução de azul de metileno a 1 % e continuar até descoloração do indicador.
- Glicídios não redutores em sacarose:
- Transferir 50 mL do filtrado obtido na determinação da lactose para balão volumétrico de 100 mL;

- Adicionar 2 mL de ácido clorídrico P.A. e levar ao banho-maria a 60 °C por 60 minutos;
- Esfriar, neutralizar com solução de hidróxido de sódio a 40 %, e se necessário adicionar 5 mL de solução de ferrocianeto de potássio a 15 % e 5 mL de solução de sulfato ou acetato de zinco a 30 %;
- Completar o volume para 100 mL;
- Filtrar e transferir o filtrado para bureta e proceder como na determinação da lactose.
- Amido:
- Lavar no próprio funil o resíduo obtido na determinação de lactose, com porções de álcool etílico P.A. e deixar filtrar;
- Levar o funil para outro erlenmeyer, romper o papel de filtro e transferir o resíduo com 100 mL de água;
- Adicionar 10 mL de ácido clorídrico P.A., o volume do ácido deve ser proporcional a quantidade de água utilizada para transferir o resíduo;
- Aquecer sob refluxo em banho-maria durante 2 horas no mínimo, ou em autoclave a 120°C por 20 minutos;
- Esfriar e neutralizar com solução de hidróxido de sódio a 40 %, usando papel indicador de pH;
- Transferir para balão volumétrico de 250 mL lavando o erlenmeyer e o papel de filtro;
- Adicionar 5 mL de solução de ferrocianeto de potássio a 15 % e 5 mL de solução de acetato ou sulfato de zinco a 30 %, agitar e completar o volume;
- Filtrar para erlenmeyer e transferir o filtrado obtido para bureta de 50 mL;
- Pipetar volumetricamente para um erlenmeyer 5 mL da solução de Fehling A e 5 mL de solução de Fehling B;

- Adicionar 40 mL de água, aquecer até a ebulição e gotear a solução da amostra, sem agitação, até que o líquido sobrenadante fique levemente azulado;
- Manter a ebulição e adicionar 1 gota de solução de azul de metileno a 1 % e continuar até descoloração do indicador.
- Pesar em balança analítica exatamente cerca de 5 g da amostra em béquer de 150 mL ou diretamente num balão volumétrico de 250 mL, com auxílio de um funil, e dissolver em cerca de 50 mL de água;
- Transferir quantitativamente para balão volumétrico de 250 mL, quando a pesagem e dissolução tiver sido feita em béquer.

3.4.3.1. Cálculos

$$\% \text{ de glicídios redutores em glicose} = \frac{100 \times 250 \times \left(\frac{T}{2}\right)}{V \times m}$$

$$\% \text{ de glicídios redutores em lactose} = \frac{100 \times 250 \times \left(\frac{T}{2}\right) \times 1,39}{V \times m}$$

Onde:

T= Título da solução de Fehling;

V= Volume de amostra gasto na titulação, em mL;

m= Massa da amostra em gramas;

1,39 = Fator de conversão da glicose para lactose.

$$\% \text{ de glicídios totais em glicose} = \frac{100 \times 100 \times \left(\frac{T}{2}\right)}{V_1 \times m_1}$$

Onde:

T= Título da solução de Fehling;

V_1 = Volume de amostra gasto na titulação, em mL;

m_1 = Massa da amostra em gramas, na alíquota.

% glicídios não redutores em sacarose = (% glicídios totais em glicose - % glicídios redutores em glicose) x 0,95

Onde:

0,95= Fator de conversão da glicose para sacarose.

$$\%amido = \frac{100 \times 250 \times \left(\frac{T}{2}\right) \times 0,90}{Vxm}$$

Onde:

T= Título da solução de Fehling;

V= Volume de amostra gasto na titulação, em mL;

m= Massa da amostra em gramas;

0,90= Fator de conversão da glicose para amido.

3.5. ÍNDICE DE CASEÍNOMACROPEPTÍDEO

3.5.1. Princípio

Este método baseia-se na detecção e quantificação de Caseínomacropéptideo (CMP) proveniente da ação proteolítica de enzimas por meio de cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE) com separação em coluna de filtração em gel e detecção em ultravioleta (UV) (BRASIL, 2006).

3.5.2. Materiais

3.5.2.1. Equipamentos

- I. Agitador magnético;
- II. Balança analítica;
- III. Banho de água;

- IV. Coluna cromatográfica hidrofílica para separação de macromoléculas por filtração em gel com as seguintes características: partículas de sílica esféricas com diâmetro nominal de 4 a 4,5 μ m (micrômetro), superfície modificada estabilizada com zircônio, diâmetro do poro 150Å (Angstrom), área superficial 140m² /g (metroquadrado/grama), camada hidrofílica mono molecular tipo diol, coluna com 9,4mm (milímetros) de diâmetro e 250mm (milímetros) de comprimento da coluna (similar a Zorbax GF 250 Bioséries da Agilent);
- V. Sistema cromatográfico, equipado com detector UV a 205 ou 210nm (nanômetro), volume de injeção de 20 ou 30 μ L (microlitros) e com fluxo da fase móvel de 1,0 a 1,5mL/min (mililitro por minuto).

3.5.2.2. Vidrarias e utensílios

- I. Balões volumétricos de 1.000, 500, 250, 100 e 50mL;
- II. Béqueres de 1.000, 500, 250, 100 e 50mL; Bureta de 50mL;
- III. Funil de vidro;
- IV. Micropipeta;
- V. Pipeta graduada de 20mL;
- VI. Pipeta volumétrica de 10, 5, 4, 3, 2, 1 e 0,5mL
- VII. Papel de filtro qualitativo.

3.5.2.3. Reagentes

- I. Ácido tricloroacético (C₂HCl₃O₂) P.A.;
- II. Ácido fosfórico concentrado (H₃PO₄) P.A.;
- III. Caseína-macropéptido de pureza conhecida;
- IV. Dihidrogenofosfato de potássio (KH₂PO₄) P.A.;
- V. Hidrogenofosfato de potássio (K₂HPO₄) P.A.;
- VI. Hidróxido de potássio (KOH) P.A.;
- VII. Matriz branca de leite fluido integral;
- VIII. Sulfato de sódio (Na₂SO₄) P.A.

3.5.3. Metodologia

3.5.3.1. Preparo da solução de ácido tricloroacético a 24%.

Em béquer de 100mL, pesar 24g de ácido tricloroacético. Transferir para balão volumétrico de 100mL, completar o volume e homogeneizar. Pode-se preparar solução com 48% de ácido tricloroacético e diluir para 24% no momento da análise.

3.5.3.2. Preparo da solução de ácido fosfórico a 3mol/L

Em balão volumétrico de 250mL, adicionar 100mL de água deionizada destilada. Acrescentar 50mL do ácido fosfórico concentrado pelas paredes do balão, homogeneizar, deixar esfriar à temperatura ambiente e completar o volume.

3.5.3.3. Preparo da solução de hidróxido de potássio a 3mol/L

Em béquer de 250mL, pesar 42g de hidróxido de potássio. Dissolver e transferir para balão volumétrico de 250mL. Deixar esfriar e completar o volume. Transferir para frasco de plástico.

3.5.3.4. Fase móvel tampão fosfato pH 6,0

Dissolver 1,74g de hidrogenofosfato de potássio, 12,37g de dihidrogenofosfato de potássio e 21,41g de sulfato de sódio em, aproximadamente, 700mL de água deionizada destilada. Para a utilização de reagentes com molécula de hidratação, fazer as correções nas massas utilizadas. Ajustar o pH da solução para 6,0 usando solução de ácido fosfórico 3mol/L e solução de hidróxido de potássio a 3mol/L. Transferir para balão volumétrico de 1.000mL, completar o volume com água deionizada destilada e filtrar a solução em membrana de 0,45 μ m. Antes do uso, degaseificar.

3.5.3.5. Preparo da curva de calibração

Preparar, no mínimo, 5 soluções padrão de CMP que contemple, no mínimo, um ponto abaixo de 30mg/L e um ponto acima de 75mg/L

em matriz branca de leite fluido integral. Em seguida precipitar com ácido tricloroacético, deixar em repouso por 60 minutos e filtrar em papel de filtro qualitativo. No caso de soluções padrão turva, filtrar em unidade filtrante com membrana de diâmetro de poro de 0,45µm. Injetar cada solução no sistema cromatográfico.

3.5.3.6. Preparo da amostra

Pesar 10 g de leite em pó desnatado ou 13g de leite em pó integral, acrescentar 100mL de água com auxílio de uma proveta e agitar até a completa dissolução. Para leite parcialmente desnatado ou semi-desnatado, verificar a forma de reconstituição de acordo com o fabricante.

3.5.3.7. Tratamento das amostras

Em uma alíquota de 20,0mL das amostras preparadas conforme o item 5.3.3, adicionar 10,0mL de ácido tricloroacético a 24% gota a gota e sob agitação constante. Deixar em repouso por 60 minutos à temperatura ambiente e filtrar em papel qualitativo descartando as primeiras gotas do filtrado. No caso de amostras turvas, filtrar em unidade filtrante com 0,45µm. Injetar cada amostra tratada no sistema cromatográfico.

3.5.3.8. Cálculo Curva de calibração

Calcular a curva de regressão linear ($Y = AX + B$), onde, A representa a declividade, ou o coeficiente angular ou a inclinação da reta, e B, a interseção com o eixo Y ou o coeficiente linear, usando a concentração de CMP em miligramas por litro versus altura ou área do pico. Aceitar a curva para valores de $R > 0,95$.

3.5.3.9. Cálculo amostra

Identificar o pico com o mesmo tempo de retenção do CMP. Calcular a concentração de CMP em miligramas por litro nas amostras pela equação da curva de calibração ($Y = AX + B$).

3.6. ÍNDICE DE INSOLUBILIDADE

3.6.1. Princípio

Fundamenta-se na determinação do volume, em mililitros, de sedimento (resíduo insolúvel), obtido quando um leite em pó é reconstituído e centrifugado (BRASIL, 2006).

3.6.2. Materiais

3.6.2.1. Equipamentos

- I. Balança analítica;
- II. Banho-maria;
- III. Centrífuga, carregamento vertical, que produza 160 gravidades (g) de aceleração no fundo do tubo, mantendo a temperatura a 20 – 25°C;
- IV. Misturador elétrico com 16 lâminas em ângulo de 30°, distância entre lâminas de 8,73 mm, distância das lâminas ao fundo do copo de 10 mm, alcance de frequência rotacional de 3600 rpm em menos de 5 segundos, equipado ou não com cronômetro.

3.6.2.2. Vidrarias e utensílios

- I. Bastão de vidro com 150 a 200 mm de comprimento;
- II. Copos para misturador de 500 mL, diâmetros superiores interno de 84 mm e externo de 97 mm, altura interna de 132 mm e externa de 154 mm, diâmetros inferiores interno de 55 mm e externo de 88 mm;
- III. Espátula;
- IV. Fonte de luz;
- V. Lente de aumento;
- VI. Papel manteiga 140 x 140 mm para pesagem da amostra;
- VII. Papel toalha;

- VIII. Proveta de 100 mL;
- IX. Seringas de vidro ou plástico de 30 ou 50 mL com agulha longa;
- X. Termômetro;
- XI. Tubos de centrífuga de 135 mm de comprimento, de vidro, cônicos, graduados, com divisões de 0,1 mL entre as marcas de 0,1 e de 1,0 mL e de 0,2 mL entre as marcas de 1,0 e de 2,0 mL, com volume total de 50 mL.

3.6.2.3. Reagentes

- I. Antiespumante à base de 30 % de silicone.

3.6.3. Metodologia

- Preparar a jarra do misturador, mantendo-a em banho-maria por tempo suficiente para atingir a temperatura de 24°C para produtos processados por sistema spray ou 50°C para produtos processados por sistema roller, com o nível da água próximo ao topo da jarra;
- Imediatamente antes de seu uso, retirá-la do banho-maria, enxugando rapidamente com papel toalha. (Na prática, e para o caso de se trabalhar com o pó elaborado por spray, esta operação será desnecessária se a temperatura da sala onde se encontrarem estocadas as jarras estiver em torno de 24°C);
- Manter a amostra em frasco a temperatura de 20 a 25°C por 48 horas;
- Misturar bem, invertendo o frasco contendo a amostra;
- No caso de leite em pó instantâneo, misturar cuidadosamente, para evitar diminuição do tamanho da partícula;
- Pesar, usando papel manteiga dobrado duas vezes e reaberto sobre o prato da balança, conforme os itens 3.6.3.1. e 3.6.3.2;
- Transferir 100 mL de água a 24 ou 50°C para a jarra do misturador, acrescentar 3 gotas de antiespumante;

- Transferir a amostra previamente pesada para a jarra, de modo que toda a alíquota caia sobre a superfície da água;
- Misturar por 90 segundos a 3600 rpm e deixar a jarra em repouso por não menos do que 5 minutos e por não mais do que 15 minutos;
- Adicionar mais 3 gotas de antiespumante, misturar cuidadosamente com uma espátula por 10 segundos e transferir imediatamente para um tubo de centrifuga, até a marca de 50 mL;
- Centrifugar de modo a obter 160 gravidades durante 5 minutos em temperatura de 20 a 25°C;
- Retirar o tubo e descartar a camada de gordura com uma espátula;
- Colocar o tubo em posição vertical e remover o sobrenadante até a marca de 15 mL para produtos processados pelo sistema roller ou 10 mL para produtos processados pelo sistema spray com o auxílio de uma seringa sem causar qualquer distúrbio ao sedimento;
- Adicionar água a 24 ou a 50°C até a marca de 30 mL e dispersar o sedimento com um bastão de vidro;
- Encostar o bastão na parede interna do tubo ao retirá-lo e acrescentar mais água até a marca de 50 mL;
- Tampar o tubo com rolha de borracha e invertê-lo lentamente por 5 vezes;
- Remover a tampa e centrifugar de modo a obter 160 gravidades durante 5 minutos em temperatura de 20 a 25°C;
- Durante a centrifugação a escala graduada do tubo deverá estar voltada para um dos lados e não para cima ou para baixo;
- Remover o tubo, colocá-lo em posição vertical contra a fonte de luz e fazer a leitura do volume de sedimento com auxílio de uma lente de aumento, se necessário.

- Expressar os resultados como: volume de sedimento / temperatura de procedimento. Exemplo: 0,2 mL / 24°C.

3.6.3.1. Leite em pó integral, leite em pó parcialmente desnatado e alimentos infantis

Pesar 13,0 g.

3.6.3.2. Leite em pó desnatado e leite em pó

Pesar 10,0 g.

3.7. PARTÍCULAS QUEIMADAS EM LEITES DESIDRATADOS PELO PROCESSO “ SPRAY DRIER ” - Método A: “Water Disc”.

3.7.1. Princípio

Fundamenta-se na reconstituição da amostra, posterior filtração por discos de algodão e comparação com discos padrões (BRASIL, 2006).

3.7.2. Materiais

3.7.2.1. Equipamentos

- I. Balança semi-analítica;
- II. Equipamento de filtração por aspiração ou por pressão através de um disco de algodão de dimensões padronizadas;
- III. Estufa regulada a 30 – 40°C;
- IV. Misturador do tipo “Waring Blender” ou similar.

3.7.2.2. Vidrarias e utensílios

- I. Cartão Comparador/Classificador ADPI, contendo os 4 padrões de classificação da amostra quanto ao nível de partículas queimadas. As fotografias do cartão comparador costumam esmaecer com o tempo. Sempre que fora de uso deverá ser guardado em envelope escuro ou entre cartões de cor negra;

- II. Discos de filtração de partículas queimadas, de algodão, diâmetro 11/4" (= 3,175 cm), individuais ou montados em cartões (a apresentação dos filtros depende do tipo de equipamento de filtração);
- III. Proveta de 250 mL.

3.7.2.3. Reagentes

- I. Anti-espumante, com 30 % de silicone.

3.7.3. Metodologia⁷

- Transferir 250 mL de água deionizada para a jarra do misturador;
- Acionar a rotação do misturador e adicionar 25g de leite em pó desnatado ou 32,5g de leite em pó integral;
- Adicionar aproximadamente 0,5 mL de antiespumante e misturar por cerca de 1 minuto;
- Filtrar todo o conteúdo da jarra através do disco padrão de algodão instalado no equipamento de filtração por aspiração ou por pressão;
- Lavar a jarra com cerca de 50 mL de água e filtrar esse material no mesmo filtro;
- Se a amostra reconstituída for deixada em repouso antes da filtração, agitá-la vigorosamente imediatamente antes de passá-la pelo filtro;
- As amostras reconstituídas, ao serem deixadas em repouso, devem ser cobertas;
- Remover o filtro do equipamento, fixá-lo num cartão apropriado ou folha de papel quadriculada (quadrados com cerca de 6 cm de lado, identificados com o número da amostra) e deixar secar em atmosfera livre de partículas ou em estufa a 30 – 40°C por breve período de tempo;

⁷Exemplo: se o disco exibir mais partículas queimadas do que as do Padrão A, porém menos do que as do padrão B, deverá ser classificado como B. Proceder da mesma forma com os outros discos.

- Comparar o disco seco com as fotos do Cartão Comparador, sob luz uniforme e indireta;
- Quando a leitura se situar entre dois padrões, classificar a amostra de acordo com a letra mais alta.

3.8. UMECTABILIDADE DO LEITE EM PÓ INSTANTÂNEO

3.8.1. Princípio

Uma alíquota da amostra é uniformemente espalhada na superfície da água ajustada a 25 °C. Obtém-se o tempo de molhagem quando todas as partículas da amostra se tornam umedecidas, isto é, tenham submergido, e uma eventual quantidade residual de partículas que permaneça na superfície apresente o aspecto úmido (BRASIL, 2006).

3.8.2. Materiais

3.8.2.1. Equipamentos

- I. Balança analítica;
- II. Cronômetro de 60 segundos, com marcações destacadas a intervalos de 5 segundos e sub-divisões de 1 segundo e 0,5 segundo, ou menor.

3.8.2.2. Vidrarias e utensílios

- I. Béquer (com bico) de 600 mL, diâmetro externo 90 + 2 mm e altura média de 126 + 3 mm, graduado a 150 e 250 mL, com a borda formando um plano horizontal paralelo ao da base;
- II. Espátula com formato de colher;
- III. Espátula de aço inoxidável com 1 mm de espessura, comprimento total de 250 mm, comprimento da lâmina de 135 mm e largura da lâmina de 25 mm;
- IV. Frasco com tampa que permita vedação hermética e com capacidade de 2 vezes superior ao volume da amostra;

- V. Pincel de pelos;
- VI. Placa de vidro com 120 x 120 mm de lado e 2,5 cm de espessura com bordas esmerilhadas;
- VII. Suporte para tubos de vidro com base metálica;
- VIII. Termômetro;
- IX. Tubo de vidro com comprimento de 65 mm, diâmetro externo de $80 + 1,8$ mm, espessura da parede de $2,5 + 0,3$ mm, sem fundo, com extremidades esmerilhadas paralelas formando ângulos retos com eixo longitudinal.

3.8.3. Metodologia

- Transferir cuidadosamente uma porção de leite em pó instantâneo para um frasco com tampa hermética e com capacidade 2 vezes superior ao volume da amostra;
- Misturar cuidadosa e totalmente toda a amostra por inversão e rotação do frasco;
- A amostra deverá permanecer a temperatura do laboratório por no mínimo 48 horas;
- Tornar a misturar suave e cuidadosamente, através de inversão e rotação do frasco hermético por algumas poucas vezes;
- Pesar uma alíquota de $10 + 0,1$ g da amostra de leite em pó integral ou desnatado instantâneo;
- Conduzir o teste em triplicata;
- Pesar $250 + 0,1$ g de água a $25 + 1^{\circ}\text{C}$ em um béquer de 600 mL, tendo o cuidado para que a parte interna do béquer acima do nível da água permaneça seca;
- Colocar o béquer na base do suporte do tubo de vidro;
- Colocar a placa de vidro centralizada sobre o béquer e instalar o tubo de vidro sobre a placa fixando-o de tal forma que fique centralizado sobre o béquer e que deixe a placa de vidro livre o suficiente para ser retirada;

- Transferir a porção pesada da amostra para o tubo de vidro, usando a escova se necessário e distribuir a amostra uniformemente sobre a placa de vidro com a ajuda da espátula;
- Acionar o cronômetro e, após exatamente um minuto, retirar a placa de vidro com uma das mãos, segurando o béquer com a outra de modo que a amostra caia progressivamente sobre a superfície da água contida no béquer;
- A retirada da placa deve ser conduzida através de movimento contínuo e suave, sendo concluída dentro de aproximadamente 2,5 segundos;
- Remover imediatamente o béquer debaixo do tubo e, deixar em repouso. Assim que todas as partículas tenham submergido, interromper o cronômetro e anotar o tempo, em segundos.

3.8.3.1. Cálculo

$$W = W' - 60$$

Onde:

W= Tempo de molhagem, em segundos

W' = Tempo cronometrado, em segundos. Recomenda-se que os valores das triplicatas, assim como a sua média, sejam indicados na expressão dos resultados.

3.9. UMIDADE E VOLÁTEIS E SÓLIDOS TOTAIS - Método A

3.9.1. Princípio

A umidade é determinada pela perda de massa em condições nas quais, água e substâncias voláteis são removidas. O resíduo obtido após evaporação representa os sólidos totais da amostra (BRASIL, 2006).

3.9.2. Materiais

3.9.2.1. Equipamentos

- I. Balança analítica;
- II. Placa aquecedora;
- III. Estufa.

3.9.2.2. Vidrarias e utensílios

- I. Bastão de vidro;
- II. Béquer de 100 mL;
- III. Dessecador;
- IV. Espátula;
- V. Pérolas de vidro com 3 mm de diâmetro;
- VI. Pesa filtro ou cápsula de alumínio, aço inox, porcelana ou níquel;
- VII. Tenaz metálico.

3.9.3. Metodologia⁸

- Colocar a cápsula, em estufa a $102 \pm 2^\circ\text{C}$ durante 1 hora;
- Esfriar em dessecador e pesar;
- Pesar 5 g da amostra;
- Colocar na estufa em temperatura de $85 \pm 2^\circ\text{C}$ durante 2 horas;
- Esfriar em dessecador e pesar;
- Repetir a cada 30 minutos até massa constante.

3.9.3.1. Cálculo

$$\% \text{umidade e voláteis} = \frac{100 \times m}{m'}$$

$$\% \text{sólidos totais} = 100 - \% \text{umidade e voláteis}$$

Onde:

m= Perda de massa em gramas;

m'= Massa da amostra em gramas.

⁸As operações de pesagem devem ser feitas o mais rápido possível e a secagem deve ser conduzida sem que haja escurecimento da amostra.

3.10. DETERMINAÇÃO DE RESÍDUO POR INCINERAÇÃO-CINZAS

3.10.1. Princípio

Resíduo por incineração ou cinzas é o nome dado ao resíduo obtido por aquecimento de um produto em temperatura próxima a (550-570) °C. Nem sempre este resíduo representa toda a substância inorgânica presente na amostra, pois alguns sais podem sofrer redução ou volatilização nesse aquecimento (IAL, 2008).

3.10.2. Materiais

3.10.2.1. Equipamentos

- I. Balança analítica;
- II. Mufla;
- III. Chapa aquecedora;
- IV. Banho-maria;
- V. Capela de exaustão.

3.10.2.2. Vidrarias e utensílios

- I. Dessecador com sílica-gel;
- II. Espátula;
- III. Pinça de metal.

3.10.3. Metodologia

- Pese aproximadamente 3 g da amostra em uma cápsula de porcelana, previamente aquecida em mufla a $(550 \pm 10)^\circ\text{C}$, por 1 hora, resfriada em dessecador e pesada;
- Carbonize em chapa aquecedora na capela e incinere em mufla a $(550 \pm 10)^\circ\text{C}$, por aproximadamente 4 horas;
- O resíduo deverá ficar branco ou ligeiramente acinzentado, caso contrário, esfrie, adicione 0,5 mL de água, seque em banho-maria e incinere novamente;
- Resfrie em dessecador e pese.

3.10.3.1. Cálculo

$$\frac{100 \times N}{A} = \text{resíduo por incineração por cento m / m}$$

Onde:

N= nº de grama de resíduo

A= nº de grama da amostra.

3.11. DETERMINAÇÃO DA ALCALINIDADE DAS CINZAS

3.11.1. Princípio

A presença de substâncias alcalinas adicionadas ao leite faz aumentar a alcalinidade das cinzas, que é determinada por via indireta fazendo-se reagir as cinzas com uma quantidade conhecida de solução ácida padronizada e titulando o excesso deste com uma solução alcalina de concentração conhecida (IAL, 2008).

3.11.2. Materiais

3.11.2.1. Equipamentos

I. Banho-maria.

3.11.2.2. Vidrarias e utensílios

- I. Frasco Erlenmeyer de 250 mL;
- II. Proveta de 50 mL;
- III. Buretas de 25 mL.

3.11.2.3. Reagentes

- I. Ácido sulfúrico 0,1 N;
- II. Hidróxido de sódio 0,1N;
- III. Solução de fenolftaleína a 1%.

3.11.3. Metodologia

- Transfira, quantitativamente, as cinzas obtidas do leite em pó, para um frasco Erlenmeyer de 250 mL, com o auxílio de 30 mL de água;

- Adicione 20 mL de ácido sulfúrico 0,1 N e 5 gotas da solução de fenolftaleína (a solução deve ser incolor);
- Aqueça em banho-maria por 5 minutos;
- Titule, a quente, com uma solução de hidróxido de sódio 0,1 N até coloração rósea.

3.11.3.1. Cálculo

$$\frac{10 \times V}{A} = \text{alcalinidade das cinzas}$$

em solução normal por cento v / v

Onde:

V= Diferença entre o nº de mL de ácido sulfúrico 0,1 N adicionado e o nº de mL de solução de hidróxido de sódio 0,1 N gasto na titulação.

A=nº de mL da amostra.

3.12. DETERMINAÇÃO DA GORDURA

3.12.1. Princípio

A gordura é determinada gravimetricamente, após a desnaturação das proteínas e carboidratos, utilizando ácido clorídrico sob aquecimento. O resíduo contendo a gordura é separado por filtração, seco e extraído com éter de petróleo (IAL, 2008).

3.12.2. Materiais

3.12.2.1. Equipamentos

- I. Balança analítica;
- II. Estufa, chapa aquecedora;
- III. Aparelho extrator de Soxhlet.

3.12.2.2. Vidrarias e utensílios

- I. Espátula;
- II. Béqueres de 100, 600 e 1000 mL;

- III. Bastão de vidro;
- IV. Pérolas de vidro ou cacos de porcelana;
- V. Provetas de 100 mL;
- VI. vidro de relógio;
- VII. Frasco erlenmeyer de 500 mL;
- VIII. Funil de vidro;
- IX. Papel de filtro;
- X. Fita indicadora de pH de;
- XI. Balão de fundo chato com boca esmerilhada de 300 mL;
- XII. Pinça de metal;
- XIII. Dessecador com sílica-gel;
- XIV. Capela de exaustão.

3.12.2.3. Reagentes

- I. Ácido clorídrico;
- II. Éter de petróleo (30 - 60)°C;
- III. Solução de nitrato de prata 0,1 M.

3.12.3. Metodologia

- Pese aproximadamente 3 g da amostra em béquer de 100 mL;
- Transfira para um béquer de 600 mL usando 100 mL de água, se necessário, utilize água à temperatura entre (30 - 40)°C, misture com um bastão de vidro;
- Adicione 60 mL de ácido clorídrico, algumas pérolas de vidro ou cacos de porcelana e tampe o béquer com um vidro de relógio;
- Aqueça o conjunto em chapa aquecedora até a fervura, mantenha fervura durante 30 minutos;
- À parte, aqueça aproximadamente 1000 mL de água até temperatura de (90 - 95)°C, adicione 100 mL desta água na solução da amostra ainda quente, lavando o vidro de relógio e filtre em papel de filtro previamente umedecido;
- Lave várias vezes o béquer e o resíduo do papel de filtro,

- cuidadosamente, com água quente até que o filtrado exiba reação neutra, (utilizando fita indicadora de pH) ou ausência de cloreto (utilizando solução de nitrato de prata 0,1 M);
- Coloque o resíduo sobre um vidro de relógio, contendo um papel de filtro seco, seque na estufa à temperatura de $(103 \pm 2)^{\circ}\text{C}$;
 - Envolve em outro papel de filtro ou coloque em um dedal e transfira para o aparelho extrator de Soxhlet;
 - Acople um balão de fundo chato de 300 mL previamente aquecido em estufa a $(103 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ por duas horas, resfriado e pesado ao aparelho extrator de Soxhlet;
 - Extraia sob aquecimento, com aproximadamente 250 mL de éter de petróleo durante 4 horas;
 - Retire o resíduo da extração e remova o solvente por destilação;
 - Seque o balão contendo a gordura em estufa a $(103 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ por uma hora;
 - Resfrie em dessecador e pese;
 - Retorne à estufa por 30 minutos, resfrie em dessecador e pese;
 - Repita as operações de aquecimento e resfriamento até peso constante.

3.12.3.1. Cálculo

$$\frac{100 \times N}{P} = \text{g de gordura por cento m / m}$$

Onde:

N = n° de g de gordura

P = n° de gramas da amostra

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BRASIL, Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa n°68 de 12 de dezembro de 2006: Oficializa os Métodos Analíticos Oficiais Físico-Químicos, para Controle de Leite e Produtos Lácteos, em conformidade com o anexo desta Instrução Normativa, determinando que sejam utilizados nos Laboratórios Nacionais Agropecuários. **Diário Oficial da União**. 2006. Disponível em: < <http://extranet.agricultura.gov.br/sislegis-consulta/consultarLegislacao.do?operacao=-visualizar&id=17472>> Acesso em: 28.ago.2016.

IAL, Instituto Adolfo Lutz. **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 2008, p. 1020.

CAPÍTULO 4
CREME DE LEITE

4. CREME DE LEITE

4.1. DEFINIÇÃO

O creme de leite é um produto lácteo rico em gordura retirada exclusivamente do leite por processo tecnologicamente adequado, apresentando-se como uma emulsão de gordura em água (BRASIL, 1996).

4.1.1. Características físico-químicas do creme de leite

Quadro 4. Características físico-químicas do creme de leite

Parâmetro	Teor%
Acidez máxima	0,20%(m/m) g de ac. Lácteo/ 100g creme
Matéria gorda	20 a 49,9% em 100g de creme

Fonte: BRASIL, 1996.

4.2. ANÁLISE DE MATÉRIA GORDA EM CREME DE LEITE

4.2.1. Princípio

Fundamenta-se na separação e mensuração da matéria gorda por meio da inserção do ácido sulfúrico e álcool isoamílico. O ácido digere as proteínas que se encontram unidas na gordura, diminuindo a viscosidade do creme, elevando a densidade da fase aquosa e fundindo a gordura, devido a liberação do calor proveniente da reação, que favorece a separação da gordura pelo solvente extrator (álcool isoamílico) que modifica a tensão superficial do meio. A leitura é feita na escala do butirômetro, após centrifugação e imersão em banho-maria (BRASIL, 2014).

4.2.2. Materiais

4.2.2.1. Equipamentos

- I. Centrífuga com aquecimento;
- II. Balança analítica;
- III. Banho-maria;

- IV. Chapa aquecedora;
- V. Densímetro.
- VI. Vidrarias e utensílios
- VII. Álcool isoamílico;
- VIII. Butirômetro de Köhler com rolha;
- IX. Bastão de vidro;
- X. Béquer de 50 mL;
- XI. Espátula;
- XII. Medidores de 1 e 10 mL;
- XIII. Pipeta volumétrica de 11 mL;
- XIV. Pipetas graduadas de 1, 5 e 10 mL;
- XV. Papel absorvente;
- XVI. Toalha de algodão.

4.2.2.2. Reagentes

- I. Solução de Ácido Sulfúrico densidade de 1,820 a 1,825 a 20°C;
- II. Solução de ácido sulfúrico densidade de 1,500 a 20°C.

4.2.3. Metodologia

- É necessário a realização em duplicata;
- Pese exatamente 5g da amostra e transfira para o butirômetro contendo o ácido sulfúrico com densidade de 1,820 a 20°C;
- Em seguida transfira 5 mL de água destilada a 70-80°C para o butirômetro e acrescente 1 mL de ácido isoamílico;
- Feche o butirômetro e agite energicamente até que toda a mostra seja dissolvida;
- Posteriormente, centrifugue com rotação de 1200 rpm e encube em banho termostático a 65°C durante 10 minutos, repita o procedimento se necessário;
- Regule a coluna de gordura sobre a escala do butirômetro e leia a diferença entre o menisco superior da gordura e a interface da gordura/ácido;

- O resultado é expresso através da leitura direto no butirômetro.

4.3. DETERMINAÇÃO DE ACIDEZ TITULÁVEL

4.3.1. Princípio

O método baseia-se na titulação de um determinado volume de amostra de creme de leite por uma solução alcalina, de concentração conhecida, utilizando como indicador a fenolftaleína a 1% (BRASIL, 2013).

4.3.2. Materiais

4.3.2.1. Equipamentos

- I. Balança analítica.

4.3.2.2. Vidrarias e utensílios

- I. Balão volumétrico;
- II. Bastão de vidro;
- III. Béquer;
- IV. Bureta graduada;
- V. Erlenmeyer;
- VI. Espátula.

4.3.2.3. Reagentes

- I. Solução de Hidróxido de Sódio 0,1N;
- II. Solução hidroalcoólica de Fenolftaleína 1% (m/v).

4.3.3. Metodologia

- Pese 10 g de amostra;
- Adicione 50 mL de água deionizada e homogeneíze;
- Adicione 10 gotas de solução alcoólica de fenolftaleína a 1%;
- Posteriormente faça titulação com o Hidróxido de Sódio 0,1N até atingir a coloração rosa forte da solução contida no Erlenmeyer e a mesma persistir por 30 segundos.

4.3.3.1. Cálculo⁹

$$\% \text{ de ácido láctico} = \frac{V \cdot f \cdot 0,9}{m}$$

Onde:

V= volume gasto, em mL, de solução de hidróxido de sódio 0,1 N no processo de titulação;

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

m= massa da amostra de creme de leite, em gramas.

⁹Caso opte por expressar o resultado em graus Dornic (°D), basta multiplicar o resultado final expresso em % de ácido láctico por 100.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BRASIL. Ministro de Estado da Agricultura do Abastecimento e da Reforma Agrária, no uso da atribuição que lhe confere a Art. 87, II, da Constituição da República, e que nos termos do disposto no Regulamento da Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal, aprovado pelo Decreto nº 1.255, de 25 de junho de 1962, alterado pelo Decreto nº 1.812 de 08 de fevereiro de 1996. Considerando as Resoluções Mercosul/GMC números 69/93, 70/93, 71/93, 72/93, 82/93, 16/94, 43/94, 63/94, 76/94, 78/94 e 79/94 que aprovam os Regulamentos Técnicos de Identidades e Qualidades de Produtos Lácteos. Disponível em: <<http://www.agricultura.gov.br/>>. Acesso em 29 agosto 2016.

BRASIL. **Determinação de lipídios em leite e produtos lácteos pelo método butirométrico.** MAPA/SDA/CGAL. Laboratório Nacional Agropecuário - LANAGRO/RS. Laboratório de Produtos de Origem Animal/SLAV. Método de Ensaio – MET. Código: MET POA/SLAV/08/03/01. Página 1 de 10. Emissão: 17/07/2014. Disponível em: <http://www.agricultura.gov.br/arq_editor/file/Aniamal/Laborat%C3%B3rios/Metodos%20IQA/POA/Leite%20e%20Produtos%20Lacteos/MET%20POA%20SLAV%200803%20Determinacao%20d>

BRASIL. **Determinação de acidez titulável em leite fluido.** MAPA/SDA/CGAL. Laboratório Nacional Agropecuário - LANAGRO/RS. Laboratório de Produtos de Origem Animal. Método de Ensaio – MET. Código: MET POA/20/01/01. Página 1 de 4. Emissão: 22/04/2013. Disponível em: <http://www.agricultura.gov.br/arq_editor/file/Aniamal/Laborat%C3%B3rios/Metodos%20IQA/POA/Leite%20e%20Produtos%20Lacteos/MET%20POA%2020%2001%20Acidez%20em%20leite%20fluido.pdf>. Acesso em 27 agosto 2016.

CAPÍTULO 5
LEITE CONDENSADO

5. LEITE CONDENSADO

5.1. DEFINIÇÃO

Define-se leite condensado ou leite condensado com açúcar o produto obtido através da desidratação parcial ou total do leite adicionado de açúcar (xarope de glicose ou sacarose) (BRASIL, 2005).

5.1.1. Características físico-químicas do leite condensado

O leite condensado deve cumprir as seguintes especificações.

Quadro 5. Característica do leite condensado

Acidez em ácido láctico	0,08 e 0,16 g%, quando diluída uma parte do produto para 2,5 partes de água;
Na reconstituição	Deve apresentar, em volume, uma parte do leite para 2,25 partes de água
Teor de gordura	Deve atingir o padrão do leite de consumo contendo, no mínimo, 28% de extrato seco do leite e 45% de açúcar excluída a lactose

Fonte: BRASIL, 2005.

5.2. DETERMINAÇÃO DE AMIDO

5.2.1. Princípio

O amido com o iodo forma um composto de adsorção de coloração azul (BRASIL, 2006).

5.2.2. Materiais

5.2.2.1. Equipamentos

- I. Balança analítica;
- II. Bico de Bunsen;
- III. Placa aquecedora.

5.2.2.2. Vidrarias e utensílios

- I. Béquer de 200 mL;
- II. Pipetas graduadas de 1 e 10 mL;
- III. Proveta de 50 mL;
- IV. Tubo de ensaio de 25 mL.

5.2.2.3. Reagentes

- I. Solução de Lugol.

5.2.3. Metodologia

- Pesar 10 gramas da amostra homogeneizada em béquer de 200 mL;
- Adicionar 50 mL de água e misturar;
- Aquecer em placa aquecedora até fervura e deixar por 5 minutos;
- Esfriar em água corrente;
- Adicionar às amostras preparadas 2 gotas de solução de Lugol;
- Observar a coloração produzida.

Resultado Positivo: coloração azul.

5.3. DETERMINAÇÃO DE ACIDEZ TITULÁVEL

5.3.1. Princípio

O princípio é o mesmo que o apresentado em 3.2.1.

5.3.2. Materiais

Os materiais utilizados são os descritos em 3.2.2.

5.3.3. Metodologia

- Pesar 5 g de amostra;
- Adicionar 50 mL de água morna (50 °C) e homogeneizar;

- Adicionar a amostra previamente preparada 10 gotas de solução de fenolftaleína a 1 % e titular com a solução de hidróxido de sódio 0,1 N até aparecimento de coloração rósea persistente por aproximadamente 30 segundos.

5.3.3.1. Cálculo

$$\% \text{ de ácido láctico} = V \times f \times 0,9 \text{ m}$$

Onde:

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

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

m = massa da amostra, em gramas.

5.4. DETERMINAÇÃO DE GORDURA

5.4.1. Princípio

Baseia-se no uso de hidróxido de amônio para solubilizar a caseína, neutralizar a acidez e reduzir a viscosidade; no álcool etílico para quebrar a emulsão gordura-caseína e na mistura éter etílico-éter de petróleo para extrair a gordura. O éter de petróleo é usado para diminuir a solubilidade das substâncias não lipídicas, solúveis no éter etílico. A gordura assim extraída é determinada gravimetricamente (BRASIL, 2006).

5.4.2. Materiais

5.4.2.1. Equipamentos

- I. Balança analítica;
- II. Banho-maria;
- III. Centrífuga de Mojonnier;
- IV. Estufa.

5.4.2.2. Vidrarias e utensílios

- I. Béqueres de 150 ou 250 mL;
- II. Frascos de extração do tipo Mojonnier, com rolhas de silicone;

- III. Pipetas graduadas de 10 mL;
- IV. Provetas de 25 mL;
- V. Tenaz metálica;
- VI. Suporte para frascos de Mojonnier.

5.4.2.3. Reagentes

- I. Álcool etílico (C_2H_5OH) p.a.;
- II. Solução de amônia contendo aproximadamente 25 % (m/m) de NH_3 , densidade 910 g/L, ou solução mais concentrada de concentração conhecida;
- III. Solução de vermelho Congo ($C_{32}H_{22}N_6Na_2O_6S_2$) a 1 %, (m/v);
- IV. Éter etílico ($C_4H_{10}O$), livre de peróxidos, sem antioxidantes (ou não mais do que 2 mg/kg), compatível com as especificações para o teste em branco.

5.4.3. Metodologia

- Pesar exatamente de 2 a 5 g da amostra homogeneizada diretamente no frasco de extração ou em béquer de 50 mL, acrescentar cerca de 10 mL de água a aproximadamente 50 °C agitando cuidadosamente o frasco e mantendo-o aquecido nesta temperatura até o produto ficar completamente disperso. No caso de usar o béquer, usar bastão de vidro para dispersar a amostra em pequenas porções de água a 50 °C, totalizando cerca de 10 mL, e transferir para o frasco extrator;
- Secar um béquer de 150 ou 250 mL por 1 hora em estufa a 102 ± 2 °C. Esfriar. Pesar e reservar para recepção da gordura. Às amostras preparadas conforme os itens 3.1. a 3.5., adicionar 2 mL da solução de amônia (ou volume equivalente de uma solução mais concentrada) ao frasco de Mojonnier e misturar. A partir desse ponto, a análise deve ser conduzida sem demora;

- Acrescentar 10 mL de álcool etílico e misturar cuidadosamente, sem agitação forte, mas deixando o líquido fluir entre os dois bulbos, inclinando o frasco de extração sem que o líquido atinja a tampa. Se necessário, adicionar 2 gotas de solução de vermelho congo a 1 %;
- Adicionar 25 mL de éter etílico, fechar o tubo com uma tampa de silicone e agitar vigorosamente o frasco de extração, mas não de maneira excessiva (para evitar a formação de emulsões persistentes) por 1 minuto, com o frasco na posição horizontal e o bulbo menor voltado para cima. Se necessário, lavar a rolha com um pouco da mistura de éteres, de modo que a solução seja recolhida no frasco de Mojonnier;
- Adicionar 25 mL de éter de petróleo, reumidecendo a tampa e agitando por 30 segundos conforme especificado acima. Remover a tampa e lavá-la com a mistura de éteres, tendo cuidado para que a solução de lavagem caia no interior;
- Centrifugar ou deixar o frasco de Mojonnier em repouso por 30 minutos no seu suporte;
- Se a interface se localizar abaixo da constricção do bulbo, adicionar lentamente um pouco de água pela parede interna do frasco. Transferir o sobrenadante para o béquer, segurando o frasco de extração pelo bulbo menor;
- Lavar a saída do frasco com a mistura de éteres, recolhendo o material no béquer. Se necessário, pode-se fazer uma primeira remoção dos solventes nesse ponto, por evaporação ou outro processo adequado. Adicionar 5 mL de álcool etílico ao frasco de Mojonnier;
- Conduzir uma segunda extração, usando 15 mL dos éteres etílico e de petróleo. Realizar uma terceira extração, omitindo o uso do álcool;

- Transferir o sobrenadante para o béquer, lavando a saída do frasco de Mojonnier com a mistura de éteres. Remover os solventes, incluindo o álcool, por evaporação ou outro processo adequado;
- Transferir o béquer para estufa a 102 ± 2 °C por 1 hora. Remover o frasco da estufa, deixar esfriar e pesar. Essas operações de transferência do frasco deverão ser conduzidas com tena. Repetir a operação acima até a massa constante;
- Adicionar 25 mL de éter de petróleo ao frasco para verificar se todo material solubiliza-se;
- Aquecer levemente e agitar até que toda a gordura se dissolva. Se todo o material se dissolver, calcular a massa da gordura através da diferença entre a massa final do béquer contendo a gordura e a massa inicial do mesmo béquer;
- Se o extrato não for totalmente solúvel no éter de petróleo, fazer a extração da parte gordurosa, deixar que o material insolúvel se sedimente e descartar o éter de petróleo, repetindo essa operação 3 - 4 vezes;
- Secar o béquer em estufa a 102 ± 2 °C por 1 hora, esfriar como mencionado acima e pesar novamente o béquer, agora com o resíduo insolúvel;
- Conduzir um teste em branco substituindo a amostra por 10 mL da água. 3.1. Leite Fluído: aquecer a amostra a 35 - 40 °C, misturar cuidadosamente, de modo a não provocar separação de gordura e esfriar rapidamente a 20°C;
- Misturar a amostra com cuidado, invertendo o frasco que a contém por 3 - 4 vezes. Pesar exatamente cerca de 10 g diretamente no frasco de Mojonnier.

5.4.3.1. Cálculo

$$\% \text{gordura} = (m_1 - m_2) - (m_3 - m_4) \times 100 m_0$$

Onde:

m_0 = massa da amostra, em gramas;

m_1 = massa do béquer com gordura, em gramas;

m_2 = massa inicial do béquer ou, no caso de material insolúvel no éter de petróleo, massa do béquer com a massa do resíduo insolúvel, em gramas;

m_3 = massa do béquer usado no teste em branco, em gramas;

m_4 = massa inicial do béquer usado no teste em branco ou, no caso de material insolúvel no éter de petróleo, massa do béquer com a massa do resíduo insolúvel, em gramas.

5.5. DETERMINAÇÃO RESÍDUO MINERAL FIXO

5.5.1. Princípio

Fundamenta-se na eliminação da matéria orgânica a temperatura de 550 °C. O produto obtido é denominado de resíduo mineral fixo (BRASIL, 2006).

5.5.2. Materiais

5.5.2.1. Equipamentos

- I. Balança analítica;
- II. Banho-maria ou placa aquecedora;
- III. Forno mufla.

5.5.2.2. Vidrarias e utensílios

- I. Bico de Bunsen;
- II. Cadinho de porcelana, platina ou níquel;
- III. Dessecador;
- IV. Pipeta graduada de 1 mL;
- V. Pipeta volumétrica de 20 mL;
- VI. Tenaz metálica.

5.5.2.3. Reagentes

- I. Água oxigenada (H₂O₂) a 3 % (10 volumes) (v/v).

5.5.3. Metodologia

- Pesar exatamente cerca de 5 g da amostra;
- Aquecer o cadinho de porcelana, platina ou níquel em forno mufla a 550 °C durante 30 minutos, esfriar em dessecador e tarar;
- Pesar em balança analítica a amostra homogeneizada diretamente no cadinho;
- Levar o conjunto ao bico de Bunsen até a carbonização completa e a seguir ao forno mufla no máximo a 550 °C, para evitar perda de cloretos;
- Incinerar por 3 horas ou até obter cinzas totalmente brancas. Esfriar em dessecador e pesar. Não havendo clareamento das cinzas, adicionar 2 a 3 gotas de água ou água oxigenada, secar em placa aquecedora ou estufa à 105 °C e levar ao forno mufla por tempo suficiente para clareamento das cinzas (aproximadamente 1 hora);
- Esfriar em dessecador e pesar.

5.5.3.1. Cálculos

$$\% \text{cinzas} = (m_2 - m_1) \times 100m_0$$

Onde:

m₂ = massa do cadinho com amostra após incineração, em gramas;

m₁ = massa do cadinho vazio, em gramas;

m₀ = massa da amostra, em gramas.

5.6. DETERMINAÇÃO DE UMIDADE E VOLÁTEIS E SÓLIDOS TOTAIS

5.6.1. Princípio

A umidade é determinada pela perda de massa em condições nas quais, água e substâncias voláteis são removidas. O resíduo obtido após evaporação representa os sólidos totais da amostra (BRASIL, 2006).

5.6.2. Materiais

5.6.2.1. Equipamentos

- I. Balança analítica;
- II. Placa aquecedora;
- III. Estufa.

5.6.2.2. Vidrarias e utensílios

- I. Bastão de vidro;
- II. Béquer de 100 mL;
- III. Dessecador;
- IV. Espátula;
- V. Pérolas de vidro com 3 mm de diâmetro;
- VI. Pesa filtro ou cápsula de alumínio, aço inox, porcelana ou níquel;
- VII. Tenaz metálico.

5.6.3. Metodologia

- Massa da amostra 3 g em cápsulas contendo pérolas e bastão de vidro previamente dessecados;
- Temperatura da estufa: 85 ± 2 °C; Tempo até a primeira pesagem: 6 horas;
- Tempo, na estufa, entre pesagens até massa constante: 1 hora;
- Colocar a cápsula, em estufa a 102 ± 2 °C durante 1 hora;

- Esfriar em dessecador e pesar;
- Pesar 3 g em cápsulas contendo pérolas e bastão de vidro previamente dessecados e levar à estufa com temperatura: $85 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$; Tempo até a primeira pesagem: 6 horas;
- Esfriar em dessecador e pesar;
- Repetir até massa constante com tempo, na estufa, entre pesagens até massa constante de 1 hora;
- As operações de pesagem devem ser feitas o mais rápido possível e a secagem deve ser conduzida sem que haja escurecimento da amostra.

5.6.3.1. Cálculo

$$\begin{aligned} \% \text{umidade e voláteis} &= 100 \times \frac{m}{m'} \\ \% \text{sólidos totais} &= 100 - \% \text{umidade e voláteis} \end{aligned}$$

Onde:

m = perda de massa em gramas;

m' = massa da amostra em gramas.

5.7. DETERMINAÇÃO DE GLICÍDIOS REDUTORES EM LACTOSE

5.7.1. Princípio

Os métodos de determinação de glicídios estão baseados nas propriedades físicas das suas soluções ou no poder redutor dos glicídios mais simples (aos quais se pode chegar por hidrólise, no caso dos mais complexos). Os métodos de redução resumem-se em pesar ou titular a quantidade de óxido de Cu I precipitado de uma solução de íons de Cu II por um volume conhecido da solução de glicídios ou medir o volume da solução de glicídios necessário para reduzir completamente um volume conhecido da solução de cobre II. Os resultados são calculados mediante fatores e, geralmente, as determinações de glicídios redutores são calculadas em glicose e as dos não-redutores em sacarose. A hidrólise dos não-redutores é feita, previamente, por meio de ácido ou enzimas (IAL, 2008).

5.7.2. Materiais

5.7.2.1. Equipamentos

- I. Balança analítica;
- II. Chapa aquecedora

5.7.2.2. Vidrarias e utensílios

- I. Béquer de 200 mL;
- II. Balão volumétrico de 100 mL;
- III. Frasco Erlenmeyer de 300 mL;
- IV. Funil de vidro;
- V. Papel de filtro;
- VI. Balão de fundo chato de 300 mL;
- VII. Pipetas graduadas de 2 mL;
- VIII. Pipetas volumétricas de 10 mL;
- IX. Bureta de 25 mL;
- X. Espátula, bastão de vidro;
- XI. Garra de madeira.

5.7.2.3. Reagentes

- I. Solução de sulfato de zinco a 30% m/v;
- II. Solução de ferrocianeto de potássio a 15% m/v;
- III. Soluções de Feeling tituladas.

5.7.3. Metodologia

- Pese aproximadamente 2 g da amostra em béquer de 100 mL;
- Transfira quantitativamente com auxílio de 50 mL de água e um bastão de vidro para um balão volumétrico de 100 mL;
- Adicione 2 mL da solução de sulfato de zinco a 30%, misture, adicione 2 mL da solução de ferrocianeto de potássio a 15% e misture;

- Deixe sedimentar, durante 5 minutos, complete o volume do balão com água e agite. Filtre em papel de filtro para um frasco Erlenmeyer de 300 mL, o filtrado deverá estar límpido. Em balão de fundo chato de 300 mL, adicione 10 mL de cada uma das soluções de Feeling, 40 mL de água e aqueça até ebulição;
- Transfira o filtrado para uma bureta de 25 mL e adicione, as gotas, sobre a solução do balão em ebulição, agitando sempre, até que esta solução passe de azul a incolor (no fundo do balão deverá ficar um resíduo vermelho-tijolo).

5.7.3.1. Cálculo

$$\frac{A \times 0,068 \times 100}{V \times P} = \text{glicídios redutores em lactose}$$

Onde:

A = n° de mL de P g da amostra

V = n° de mL da solução da amostra gasto na titulação

P = n° de g da amostra

5.8. DETERMINAÇÃO DE GLICÍDIOS NÃO REDUTORES EM SACAROSE

5.8.1. Princípio

Os métodos de determinação de glicídios estão baseados nas propriedades físicas das suas soluções ou no poder redutor dos glicídios mais simples (aos quais se pode chegar por hidrólise no caso dos mais complexos). Os métodos de redução resumem-se em pesar ou titular a quantidade de óxido de Cu I precipitado de uma solução de íons de Cu II por um volume conhecido da solução de glicídios ou medir o volume da solução de glicídios necessário para reduzir completamente um volume conhecido da solução de cobre II. Os resultados são calculados mediante fatores e, geralmente, as determinações de glicídios reduto-

res são calculadas em glicose e as dos não-redutores em sacarose. A hidrólise dos não-redutores é feita, previamente, por meio de ácido ou enzimas (IAL, 2008).

5.8.2. Materiais

5.8.2.1. Equipamentos

- I. Balança analítica
- II. Chapa aquecedora
- III. Banho-maria

5.8.2.2. Vidrarias e utensílios

- I. Béquer de 100 mL
- II. Balão volumétrico de 250 mL
- III. Frascos Erlenmeyer de 300 e 500 mL
- IV. Balão de fundo chato de 300 mL
- V. Funil de vidro
- VI. Papel de filtro
- VII. Fita indicadora de pH (0 -14)
- VIII. Bureta de 25 mL
- IX. Pipetas volumétricas de 10 mL
- X. Pipetas graduadas de 2 e 5 mL
- XI. Bastão de vidro
- XII. Espátula e garra de madeira

5.8.2.3. Reagentes

- I. Ácido clorídrico;
- II. Solução de hidróxido de sódio a 30% m/v;
- III. Solução de sulfato de zinco a 30% m/v;
- IV. Solução de ferrocianeto de potássio a 15% m/v;
- V. Soluções de Feeling tituladas.

5.8.3. Metodologia

- Pese aproximadamente 5 g da amostra em béquer de 100 mL;
- Transfira quantitativamente com auxílio de 100 mL de água e um bastão de vidro para um frasco Erlenmeyer de 250 mL;
- Acidule com 2 mL de ácido clorídrico, aquece em banho-maria fervente por 15 minutos e resfrie;
- Neutralize com solução de hidróxido de sódio a 30%, verifique utilizando fita indicadora de pH (0-14);
- Transfira para um balão volumétrico de 250 mL;
- Adicione 5 mL da solução de sulfato de zinco a 30% e misture;
- Adicione 5 mL da solução de ferrocianeto de potássio a 15% e misture;
- Deixe sedimentar, durante 5 minutos, complete o volume do balão com água, agite;
- Filtre em papel de filtro para um frasco Erlenmeyer de 300 mL, o filtrado deverá estar límpido;
- Em balão de fundo chato de 300 mL adicione 10 mL de cada uma das soluções de Fehling, 40 mL de água e aquece até ebulição;
- Transfira o filtrado para uma bureta de 25 mL e adicione, as gotas, sobre a solução do balão em ebulição, agitando sempre, até que esta solução passe de azul a incolor (no fundo do balão deverá ficar um resíduo vermelho tijolo).

5.8.3.1. Cálculo

$$\text{sacarose, por cento} \frac{m}{m} = \frac{A \times 0,05 \times 100 - \% \text{de lactose}}{V \times P}$$

Onde:

A = nº de mL da solução de P g da amostra

V = nº de mL da solução da amostra gastos na titulação

P = nº g da amostra

5.9. DETERMINAÇÃO DE PROTEÍNA

5.9.1. Princípio

A determinação de protídeos baseia-se na determinação de nitrogênio, geralmente feita pelo processo de digestão Kjeldahl. A matéria orgânica é decomposta e o nitrogênio existente é finalmente transformado em amônia. Sendo o conteúdo de nitrogênio das diferentes proteínas aproximadamente 16%, introduz-se o fator empírico 6,38 para transformar o número de g de nitrogênio encontrado em número de g de protídeos (IAL, 2008).

Digestão – A matéria orgânica existente na amostra é decomposta com ácido sulfúrico e um catalisador, onde o nitrogênio é transformado em sal amoniacal.

Destilação – A amônia é liberada do sal amoniacal pela reação com hidróxido e recebida numa solução ácida de volume e concentração conhecidos.

Titulação – Determina-se a quantidade de nitrogênio presente na amostra titulando-se o excesso do ácido utilizado na destilação com hidróxido.

5.9.2. Materiais

5.9.2.1. Equipamentos

- I. Balança analítica;
- II. Frascos de Kjeldahl de 500 a 800 mL;
- III. Chapa elétrica ou manta aquecedora.

5.9.2.2. Vidrarias e utensílios

- I. Balão de destilação
- II. Frasco Erlenmeyer de 500 mL
- III. Bureta de 25 mL
- IV. Espátula, papel de seda
- V. Dedal e pipeta graduada de 25 ml ou pipetado automático

5.9.2.3. Reagentes

- I. Ácido sulfúrico
- II. Ácido sulfúrico 0,05 M
- III. Sulfato de cobre
- IV. Sulfato de potássio
- V. Dióxido de titânio
- VI. Solução fenolftaleína
- VII. Vermelho de metila a 1% m/v
- VIII. Zinco em pó
- IX. Hidróxido de sódio a 30% m/v
- X. Hidróxido de sódio 0,1 M
- XI. Mistura catalítica
- XII. Dióxido de titânio anidro,
- XIII. Sulfato de cobre anidro e sulfato de potássio anidro, na proporção 0,3:0,3:6.

5.9.3. Metodologia

- Pese de 1 a 2 g da amostra, usando papel de seda;
- Transfira para o balão de Kjeldahl (papel + amostra). Adicione 25 mL de ácido sulfúrico e cerca de 6 g da mistura catalítica;
- Leve ao aquecimento em chapa elétrica, na capela, até a solução se tornar azul-esverdeada e livre de material não digerido (pontos pretos);
- Aqueça por mais uma hora;
- Deixe esfriar;
- Caso o laboratório não disponha de sistema automático de destilação, transfira quantitativamente o material do balão para o frasco de destilação;
- Adicione 10 gotas do indicador fenolftaleína e 1 g de zinco em pó (para ajudar a clivagem das moléculas grandes de prótidos);

- Ligue imediatamente o balão ao conjunto de destilação;
- Mergulhe a extremidade afilada do refrigerante em 25 mL de ácido sulfúrico 0,05 M, contido em frasco Erlenmeyer de 500 mL com 3 gotas do indicador vermelho de metila. Adicione ao frasco que contem a amostra digerida, por meio de um funil com torneira, solução de hidróxido de sódio a 30% até garantir um ligeiro excesso de base;
- Aqueça a ebulição e destile até obter cerca de (250-300) mL do destilado;
- Titule o excesso de ácido sulfúrico 0,05 M com solução de hidróxido de sódio 0,1 M, usando vermelho de metila.

5.9.3.1. Cálculo

$$\text{Proteína por cento m / m} = \frac{V \times 0,14 \times f}{P}$$

Onde:

V = diferença entre o no de mL de ácido sulfúrico 0,05 M e o no de mL de hidróxido de sódio 0,1 M gastos na titulação

P = n de g da amostra

f = fator de conversão (6,38) leite e derivados.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BRASIL, Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº68 de 12 de dezembro de 2006: Oficializa os Métodos Analíticos Oficiais Físico-Químicos, para Controle de Leite e Produtos Lácteos, em conformidade com o anexo desta Instrução Normativa, determinando que sejam utilizados nos Laboratórios Nacionais Agropecuários. **Diário Oficial da União**. 2006. Disponível em: < <http://extranet.agricultura.gov.br/sislegis-consulta/consultarLegislacao.do?operacao=visualizar&id=17472>> Acesso em: 28.ago.2016.

BRASIL. **Determinação de acidez de leite e produtos lácteos por titulometria**. MAPA/SDA/CGAL. Laboratório Nacional Agropecuário - LANAGRO/RS. Laboratório de Produtos de Origem Animal/SLAV. Método de Ensaio – MET. Código: MET POA/SLAV/09/05/01. Página 1 de 11. Emissão: 16/07/2014. Disponível em:<http://www.agricultura.gov.br/arq_editor/file/Aniamal/Laborat%C3%B3rios/Metodos%20IQA/POA/Leite%20e%20Produtos%20Lacteos/MET%20POA%20SLAV%2009%2005%20Acidez%20leite%20e%20produtos%20lacteos.pdf>. Acesso em: 27 agosto 2016.

IAL, Instituto Adolfo Lutz. **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 2008, p. 1020.

CAPÍTULO 6
DOCE DE LEITE

6. DOCE DE LEITE

6.1. DEFINIÇÃO

Entende-se por Doce de Leite o produto, com ou sem adição de outras substâncias alimentícias, obtido por concentração e ação do calor a pressão normal ou reduzida do leite ou leite reconstituído, com ou sem adição de sólidos de origem láctea e/ou creme adicionado de sacarose (parcialmente substituída ou não por monossacarídeos e/ou outros dissacarídeos) (BRASIL, 1952).

6.1.1. Características físico-químicas do doce de leite

As características devem seguir a legislação, como é apresentado no quadro 6.

Quadro 6. Características perante a legislação do doce de leite

Acidez em ml de solução normal	Máximo 5% v/p 20% p/p (dose de leite em tablete)
Umidade	Máximo 30% p/p (doce de leite cremoso ou em pasta)
Glicídios não redutores, em amido	Máximo 2,0% p/p
Glicídios não redutores, em sacarose	Máximo 60% p/p (excluída a lactose)
Lipídios	Mínimo 2,0% p/p
Proteína	Mínimo 6,0% p/p
Resíduo mineral fixo	Máximo 2,0% p/p

Fonte: BRASIL, 1978.

6.2. DETERMINAÇÃO DE ACIDEZ TITULAVEL

6.2.1. Princípio

O princípio é o mesmo que o apresentado em 3.2.1.

6.2.2. **Materiais**

- I. Os materiais utilizados são os descritos em 3.2.2.

6.2.3. **Metodologia**

A técnica está descrita no item 5.3.3.

6.2.3.1. Cálculo

Foi utilizado o mesmo cálculo do item 5.3.3.1.

6.3. DETERMINAÇÃO DE UMIDADE E VOLÁTEIS E SÓLIDOS TOTAIS

6.3.1. **Princípio**

O princípio é o mesmo que o apresentado em 5.6.1.

6.3.2. **Materiais**

Os materiais utilizados são os mesmos do item 5.6.2.

6.3.3. **Metodologia**¹⁰

Para esta análise, siga a técnica descrita no item 5.6.3.

6.3.3.1. Cálculo

Para o cálculo utilize o mesmo do item 5.6.3.1.

6.4. DETERMINAÇÃO DE GLICÍDIOS NÃO REDUTORES EM AMIDO

6.4.1. **Princípio**

Os métodos de determinação de glicídios estão baseados nas propriedades físicas das suas soluções ou no poder redutor dos glicídios mais simples (aos quais se pode chegar por hidrólise, no caso dos mais complexos). Os métodos de redução resumem-se em pesar ou titular a quantidade

¹⁰As operações de pesagem devem ser feitas o mais rápido possível e a secagem deve ser conduzida sem que haja escurecimento da amostra.

de óxido de Cu I precipitado de uma solução de íons de Cu II por um volume conhecido da solução de glicídios ou medir o volume da solução de glicídios necessário para reduzir completamente um volume conhecido da solução de cobre II. Os resultados são calculados mediante fatores e, geralmente, as determinações de glicídios redutores são calculadas em glicose e as dos não-redutores em sacarose. A hidrólise dos não-redutores é feita, previamente, por meio de ácido ou enzimas (IAL, 2008).

6.4.2. Materiais

6.4.2.1. Equipamentos

- I. Balança analítica;
- II. Chapa aquecedora;
- III. Capela de exaustão;
- IV. Banho-maria;
- V. Aparelho aquecedor com acoplamento de condensador para refluxo tipo Sebelin.

6.4.2.2. Vidrarias e utensílios

- I. Béquer de 600 mL;
- II. Balão volumétrico de 500 mL;
- III. Frasco Erlenmeyer de 500 mL;
- IV. Frasco Erlenmeyer com boca esmerilhada 24/40 de 500 mL;
- V. Balão de fundo chato de 300 mL;
- VI. Proveta de 200 mL;
- VII. Funil de vidro;
- VIII. Papel de filtro;
- IX. Fita indicadora de pH (0-14);
- X. Bureta de 25 mL;
- XI. Pipetas volumétricas de 5 mL;
- XII. Bastão de vidro;
- XIII. Vidro de relógio;
- XIV. Pipetas graduadas de 10 e 20 mL;
- XV. Espátula e garra de madeira.

6.4.2.3. Reagentes

- I. Éter;
- II. Álcool a 70%;
- III. Álcool;
- IV. Ácido clorídrico;
- V. Solução de hidróxido de sódio a 30% m/v;
- VI. Solução de sulfato de zinco a 30% m/v;
- VII. Solução de ferrocianeto de potássio a 15% m/v;
- VIII. Soluções de Fehling tituladas.

6.4.3. Metodologia

- Pese aproximadamente 20 g da amostra em um béquer de 150 mL.
- Desengordure a amostra tratando sucessivamente com 5 porções de 20 mL de éter, misture com basta o de vidro, deixe decantar e despreze as camadas etéreas.
- Transfira o material desengordurado para um béquer de 600 mL, com auxílio de 5 porções de 40 mL de álcool a 70%.
- Misture vigorosamente com movimentos rotatórios.
- Coloque um vidro de relógio sobre o béquer.
- Aqueça em banho-maria a (85-87)°C por 1 hora, resfrie, adicione 150 mL de álcool e misture.
- Cubra com vidro de relógio e deixe decantar por 12 horas (caso não decante, use centrifugação por 15 minutos a 1500 rpm).
- Após decantar, despreze o sobrenadante cuidadosamente.
- Filtre em papel de filtro seco para um frasco Erlenmeyer de 500 mL, lavando com 5 porções de 60 mL de álcool a 70%.
- Retire o funil de vidro com o papel de filtro contendo o resíduo e transfira para outro frasco Erlenmeyer de 500 mL com boca esmerilhada 24/40; com um bastão de vidro, fure com cuida-

do, o centro do papel de filtro, lavando com água e recolha no frasco Erlenmeyer.

- Acidule com 10 mL de ácido clorídrico e misture.
- Aqueça na chapa do aparelho tipo Sebelin, com acoplamento para refluxo, durante 3 horas e meia e resfrie.
- Neutralize com solução de hidróxido de sódio a 30%, verifique utilizando fita indicadora de pH (0-14).
- Transfira para um balão volumétrico de 500 mL com auxílio de água, lavando bem o frasco Erlenmeyer.
- Adicione 20 mL da solução de sulfato de zinco a 30% e misture, adicione 20 mL da solução de ferrocianeto de potássio a 15% e misture.
- Deixe sedimentar, durante 5 minutos, complete o volume do balão com água e agite. Filtre em papel de filtro para um frasco Erlenmeyer de 500 mL; o filtrado deverá estar límpido.
- Em balão de fundo chato de 300 mL, adicione 5 mL de cada uma das soluções de Fehling, 40 mL de água e aqueça até ebulição.
- Transfira o filtrado para uma bureta de 25 mL e adicione, as gotas, sobre a solução do balão em ebulição, agitando sempre, até que esta solução passe de azul a incolor (no fundo do balão deverá ficar um resíduo vermelho-tijolo).

6.4.3.1. Cálculo

$$\text{Amido por cento m / m} = \frac{(A \times 0,05 \times 100) \times 0,90}{2 \times V \times P}$$

Onde:

A = nº de mL da solução de P g da amostra

V = nº de mL da solução da amostra gastos na titulação

P = g da amostra

0,90 = fator de transformação de hexoses para amido.

6.5. DETERMINAÇÃO DE GLICÍDIOS NÃO REDUTORES EM SACAROSE

6.5.1. Princípio

O princípio é o mesmo que o apresentado em 5.8.1.

6.5.2. Materiais

Os materiais utilizados são os apresentados no item 5.8.2.

6.5.3. Metodologia

Seguir a técnica descrita no item 5.8.3.

6.5.3.1. Cálculo

Onde:

A = n° de mL da solução de P g da amostra

V = n° de mL da solução da amostra gastos na titulação

P = n° g da amostra.

6.6. DETERMINAÇÃO DE GORDURA

6.6.1. Princípio

O princípio é o mesmo que o descrito em 5.4.1.

6.6.2. Materiais

Todos os materiais utilizados seguem o apresentado no item 5.4.2.

6.6.3. Metodologia

Seguir a técnica descrita no item 5.4.3.

6.6.3.1. Cálculo

O mesmo utilizado no item 5.4.3.1.

6.7. DETERMINAÇÃO RESÍDUO MINERAL FIXO

6.7.1. Princípio

O princípio é o mesmo que o apresentado em 5.5.1

6.7.2. Materiais

6.7.2.1. Equipamentos

Os materiais utilizados são os mesmos do item 5.5.2.1.

6.7.2.2. Vidrarias e utensílios

As vidrarias e utensílios são os mesmos do item 5.5.2.2

6.7.2.3. Reagentes

O reagente é o mesmo utilizado do item 5.5.2.3

6.7.3. Metodologia

6.8. DETERMINAÇÃO DE PROTEÍNA

6.8.1. Princípio

O princípio é o mesmo que o apresentado em 5.9.1.

6.8.2. Materiais

Os materiais utilizados são os mesmos do item 5.9.2.

6.8.3. Metodologia

Para esta análise, siga a técnica descrita no item 5.9.3.

6.8.3.1. Cálculo

Para o cálculo utilize o mesmo do item 5.9.3.1.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BRASIL, Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº68 de 12 de dezembro de 2006: Oficializa os Métodos Analíticos Oficiais Físico-Químicos, para Controle de Leite e Produtos Lácteos, em conformidade com o anexo desta Instrução Normativa, determinando que sejam utilizados nos Laboratórios Nacionais Agropecuários. **Diário Oficial da União**. 2006. Disponível em: < <http://extranet.agricultura.gov.br/sislegis-consulta/consultarLegislacao.do?operacao=visualizar&id=17472>> Acesso em: 28.ago.2016.

BRASIL. Regulamento da inspeção industrial e sanitária de produtos de origem animal Riispoa. Aprovado pelo decreto nº 30.691, de 29 de março de 1952, pelo presidente Getúlio Vargas, tendo em vista o que dispõe o art. 14 da lei nº 1.283, de 18 de dezembro de 1950. Disponível em: <http://www.agricultura.gov.br/arq_editor/file/Ministerio/concursos/em_andamento/Decretos/DEC%2030691%2029%2003%201952%20RIISPOA.doc>. Acesso em 28 agosto 2016.

IAL, Instituto Adolfo Lutz. **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 2008, p. 1020.

CAPÍTULO 7

REQUEIJÃO

7. REQUEIJÃO

7.1. DEFINIÇÃO

Entende-se por Requeijão o produto obtido pela fusão da massa coalhada, cozida ou não, dessorada e lavada, obtida por coagulação ácida e/ou enzimática do leite opcionalmente adicionada de creme de leite e/ou manteiga e/ou gordura anidra de leite ou *butter oil*. O produto poderá estar adicionado de condimentos, especiarias e/ou outras substâncias alimentícias (BRASIL, 1997).

7.1.1. Características físico-químicas do requeijão

Quadro 7. Características perante a legislação de requeijão comum

Parâmetro	Teor%
Matéria gorda no extrato seco em g/100g	45,0 a 54,9
Umidade	Máximo 60

Fonte: BRASIL, 1997.

Quadro 8. Características perante a legislação de requeijão comum

Parâmetro	Teor%
Matéria gorda no extrato seco em g/100g	Mínimo 55
Umidade	Máximo 65

Fonte: BRASIL, 1997.

7.2. 7.2 ANÁLISE DE MATÉRIA GORDA NO EXTRATO SECO EM REQUEIJÃO

7.2.1. Princípio

Fundamenta-se na separação e mensuração da matéria gorda por meio da inserção do ácido sulfúrico e álcool isoamílico. O ácido digere as proteínas que se encontram unidas na gordura, diminuindo a viscosidade do requeijão, elevando a densidade da fase aquosa e fundindo a gordura,

devido a liberação do calor proveniente da reação, que favorece a separação da gordura pelo solvente extrator (álcool isoamílico) que modifica a tensão superficial do meio. A leitura é feita na escala do butirômetro, após centrifugação e imersão em banho-maria, e posteriormente convertida para Matéria gorda no extrato seco (BRASIL, 2014).

7.2.2. Materiais

7.2.2.1. Equipamentos

- I. Centrífuga com aquecimento;
- II. Balança analítica;
- III. Banho-maria;
- IV. Chapa aquecedora;
- V. Densímetro.

7.2.2.2. Vidrarias e utensílios

- I. Butirômetro de Köhler com rolha;
- II. Bastão de vidro;
- III. Béquer de 50 mL;
- IV. Espátula;
- V. Medidores de 1 e 10 mL;
- VI. Pipeta volumétrica de 11 mL;
- VII. Pipetas graduadas de 1, 5 e 10 mL;
- VIII. Papel absorvente;
- IX. Toalha de algodão.

7.2.2.3. Reagentes

- I. Solução de Ácido Sulfúrico densidade de 1,820 a 1,825 a 20°C;
- II. Solução de ácido sulfúrico densidade de 1,500 a 20°C.

7.2.3. Metodologia

- Pese exatamente 3 g da amostra diretamente no como do butirômetro, acople o copo na parte inferior do mesmo de forma a ficar em vedado;

- Adicione 5 mL de água, 10 mL de ácido sulfúrico com densidade de 1,820 a 20°C, e acrescente 1 mL de ácido isoamílico;
- Transfira o Butirômetro para o banho maria a 65°C para auxiliar na diluição completa da amostra;
- Envolve o butirômetro em um pano, colocando o bulbo maior na palma da mão de forma que o dedo polegar exerça pressão sobre a tampa, impedindo a abertura do mecanismo;
- Agite invertendo várias vezes o butirômetro, mantendo o dedo polegar sobre a rolha como segurança, pois é possível que a pressão projete a rolha e o conteúdo ácido;
- Tome cuidado com o desprendimento de calor durante a agitação do butirômetro;
- Posteriormente, centrifugue com rotação de 1200 rpm;
- Regule a coluna de gordura sobre a escala do butirômetro e leia a diferença entre o menisco superior da gordura e a interface da gordura/ácido.

7.2.3.1. Cálculo

$$\text{MGEST} = \frac{\text{Lipídeos}}{100 - \text{Umidade}} \times 100$$

O resultado é expresso através da leitura direto no butirômetro para posterior conversão. Para converter o valor do ensaio é necessária a aplicação da fórmula abaixo:

Onde:

MGEST = Matéria gorda no extrato seco.

7.3. DETERMINAÇÃO DE UMIDADE

7.3.1. Princípio

O princípio é o mesmo que o apresentado no item 2.4.1.

7.3.2. Materiais

Os materiais utilizados são os mesmos do item 2.4.2.

7.3.3. Metodologia

- Seque as cápsulas de alumínio ou porcelana em estufa a 105 ± 2°C durante uma hora esfrie em dessecador; seguindo a técnica descrita no item 2.4.3.

7.3.3.1. Cálculo

Para o cálculo utilize o mesmo do item 2.4.3.1.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BRASIL. Ministro da Agricultura Pecuária e Abastecimento. **Regulamento técnico para fixação de identidade e qualidade do requeijão ou requesõ**. Portaria nº 359, de 04 de setembro de 1997.

BRASIL. **Determinação de umidade em produtos de origem animal por gravimetria**. MAPA/SDA/CGAL. Laboratório Nacional Agropecuário- LANAGRO/RS. Laboratório de Produtos de Origem Animal/SLAV. Método de Ensaio –MET. Código: MET POA/SLAV/27/03/01. Página 1 de 7. Emissão: 23/07/2014. Disponível em:<http://www.agricultura.gov.br/arq_editor/file/Aniamal/Laborat%C3%B3rios/Metos%20IQA/POA/Leite%20e%20Produtos%20Lacteos/MET%20POA%20SLAV%2027%2003%20Determinacao%20de%20Umidade%20em%20Produtos%20de%20Origem%20Animal%20por%20Gravimetria.pdf>. Acesso em: 27 agosto 2016.

CAPÍTULO 8
LEITE FERMENTADO

8. LEITE FERMENTADO

8.1. DEFINIÇÃO

Entende-se por Leites Fermentados os produtos adicionados ou não de outras substâncias alimentícias, obtidas por coagulação e diminuição do pH do leite, ou reconstituído, adicionado ou não de outros produtos lácteos, por fermentação láctica mediante ação de cultivos de microrganismos específicos. Estes microrganismos específicos devem ser viáveis, ativos e abundantes no produto final durante seu prazo de validade. São exemplos de leites fermentados: iogurte, leite acidófilo, kefir, kumys e coalhada (BRASIL, 2007).

8.1.1. Características físico-químicas do leite fermentado

Quadro 9. Características físico-químicas do leite fermentado

Matéria gorda láctea (g/100g) (*) Norma FIL 116 A:1987				Acidez (g de ácido láctico/100g) Norma FIL 150:1991	Proteínas lácteas (g/100g) (*)
Com creme	Integral	Parcial- mente desnatado	Desnatado		
Min. 6,0	3,0 a 5,9	0,6 a 2,9	Máx. 0,5	0,6 a 2,0	Min. 2,9

Fonte: Brasil, 2007

(*) Os leites fermentados com agregados, açucarados e/ou saborizados poderão ter conteúdo de matéria gorda e proteínas inferiores, não devendo reduzir-se a uma proporção maior do que a porcentagem de substâncias alimentícias não lácteas, açúcares acompanhados ou não de glicídios (exceto polissacarídeos e polialcoóis) e/ou amidos ou amidos modificados e/ou maltodextrina e/ou aromatizantes/saborizantes adicionados.

Os Leites fermentados considerados no presente Padrão de Identidade e Qualidade deverão cumprir, em particular, os requisitos físico-químicos que figuram na Tabela 9.

Quadro 10. Requisitos particulares de cada produto.

Produto	Acidez (g de ácido láctico/100g) Norma FIL 150:1991	Etanol (% v/m)
iogurte	0,6 a 1,5	-
Leite cultivado ou fermentado	0,6 a 2,0	-
Leite acidófilo	0,6 a 2,0	-
Kefir	0,5 a 1,5	Máximo de 1,5% no quefir fraco e até 3% no quefir forte
Kumys	> 0,7	Min. 0,5
Coalhada	0,5 a 1,5	-

Fonte: Brasil, 2007

8.2. DETERMINAÇÃO DE pH

8.2.1. Princípio

Fundamenta-se na determinação potenciométrica que indica a acidez, neutralidade ou alcalinidade de uma solução (IAL, 2008).

8.2.2. Materiais

8.2.2.1. Equipamentos

- I. pHmetro;
- II. Balança analítica.

8.2.2.2. Vidrarias e utensílios

- I. Béqueres de 50 e 150 mL;
- II. Proveta de 100 mL;
- III. Espátula.

8.2.2.3. Reagentes

- I. Soluções-tampão de pH 4, 7 e 10.

8.2.3. Metodologia¹¹

- Pese 10 g da amostra em um béquer e dilua com auxílio de 100 mL de água;
- Agite o conteúdo até que as partículas, caso haja, fiquem uniformemente suspensas;
- Determine o pH, com o aparelho previamente calibrado, operando-o de acordo com as instruções do manual do fabricante.

8.3. DETERMINAÇÃO DA ACIDEZ EM ÁCIDO LÁCTICO

8.3.1. Princípio

O princípio é o mesmo do item 1.4.1

8.3.2. Materiais

8.3.3. Equipamentos

- I. Balança analítica;
- II. Potenciômetro;
- III. Agitador magnético.

8.3.3.1. Vidrarias e utensílios

- I. Béquer de 50 mL;
- II. Bureta de 25 mL;
- III. Pipeta graduada de 10 mL;
- IV. Bastão de vidro e espátula.

8.3.3.2. Reagentes

- I. Solução de hidróxido de sódio 0,1 M;
- II. Solução de fenolftaleína a 1%.

¹¹No caso de amostras líquidas, determine o pH diretamente.

8.3.4. Metodologia¹²

- Pipete 10 mL ou pese aproximadamente 10 g da amostra em um béquer de 50 mL;
- Adicione com pipeta graduada aproximadamente 10 mL de água isenta de gás carbônico e misture com bastão de vidro;
- Adicione 5 gotas da solução de fenolftaleína;
- Titule com uma solução de hidróxido de sódio 0,1 M, utilizando bureta de 25 mL, até o aparecimento de uma coloração rósea.

8.3.4.1. Cálculo

$$\frac{V \times f \times 0,9}{P} = \text{g de ácido láctico por cento m/v}$$

Onde:

V = n° de mL de solução de hidróxido de sódio 0,1 M gasto na titulação

P = n° g ou mL da amostra

0,9 = fator de conversão para o ácido láctico

f = fator da solução de hidróxido de sódio 0,1 M.

8.4. DETERMINAÇÃO DE SUBSTÂNCIAS VOLÁTEIS E EXTRATO SECO TOTAL

8.4.1. Princípio

O fundamento da metodologia consiste na perda da umidade e voláteis por dessecação e pesagem do resíduo assim obtido (método gravimétrico). A determinação do teor de sólidos totais é obtida através da secagem de uma quantidade de leite à temperatura de 100-104° C até massa constante. Os sólidos desengordurados são calculados a partir dos dados de teor de gordura e de sólidos totais (IAL, 2008).

¹²No caso de produtos onde a coloração interfere na visualização do ponto de viragem da fenolftaleína, faça titulação potenciométrica. Para isso, mergulhe os eletrodos de pH e verifique se estão bem imersos. Titule, sob agitação, com solução de hidróxido de sódio 0,1 M, até pH 8,3.

8.4.2. Materiais

8.4.2.1. Equipamentos

- I. Balança analítica;
- II. Banho-maria;
- III. Estufa;
- IV. Dessecador com sílica-gel.

8.4.2.2. Vidrarias e utensílios

- I. Espátula;
- II. Cápsula de porcelana;
- III. Bastão de vidro;
- IV. Areia purificada;
- V. Pinça de metal.

8.4.3. Metodologia

- Pese, em uma cápsula de porcelana, aproximadamente 10 g de areia purificada e dois bastões de vidro apoiados na borda do recipiente;
- Seque em estufa a $(103 \pm 2)^{\circ}\text{C}$, por 2 horas, resfrie em dessecador e pese;
- Pese aproximadamente 3 g da amostra, misture com auxílio dos bastões de vidro;
- Seque em estufa a $(103 \pm 2)^{\circ}\text{C}$, por 3 horas, resfrie em dessecador e pese;
- Retorne à estufa por 30 minutos, resfrie em dessecador e pese;
- Repita as operações de aquecimento e resfriamento até peso constante.

8.4.3.1. Cálculo

$$\frac{100 \times N}{P} = \text{substancias volateis \% m / m}$$

N = nº de g das substâncias voláteis

P = nº de g da amostra

(100 - substâncias voláteis por cento m/m) = extrato seco total por cento m/m.

8.5. DETERMINAÇÃO DE SUBSTÂNCIAS VOLÁTEIS EM ESTUFA A VÁCUO

8.5.1. Princípio

O princípio é o mesmo do item 3.9.1

8.5.2. Materiais

8.5.2.1. Equipamentos

- I. Balança analítica;
- II. Banho-maria;
- III. Estufa a vácuo;
- IV. Dessecador com sílica-gel.

8.5.2.2. Vidrarias e utensílios

- I. Espátula;
- II. Cápsula de porcelana;
- III. Bastões de vidro;
- IV. Areia purificada;
- V. Pinça de metal.

8.5.3. Metodologia

- Pese, em uma cápsula de porcelana, aproximadamente 10 g de areia e dois bastões de vidro apoiados na borda do recipiente;

- Seque em estufa a (103 ± 2) °C por 2 horas, resfrie em dessecador e pese;
- Pese aproximadamente 3 g da amostra;
- Adicione 10 mL de água e misture com auxílio dos bastões de vidro;
- Evapore em banho-maria, seque em estufa a vácuo a (70 ± 2) °C por 2 horas;
- Resfrie em dessecador e pese. Retorne à estufa por 30 minutos, resfrie em dessecador e pese;
- Repita as operações de aquecimento e resfriamento até peso constante.

8.5.3.1. Cálculos

$$\frac{100 \times N}{P} = \text{substancias volateis \% m / m}$$

Onde:

N = n° de g de substâncias voláteis

P = n° de g da amostra.

8.6. DETERMINAÇÃO DO RESÍDUO POR INCINERAÇÃO-CINZAS

8.6.1. Princípio

O princípio é o mesmo que o apresentado em 3.10.1.

8.6.2. Materiais

Os materiais utilizados são os mesmos do item 3.10.2.

8.6.3. Metodologia

- Pese aproximadamente 5 g da amostra e transfira, com o auxílio de uma pipeta volumétrica, 20 mL da amostra para uma cápsula de porcelana, previamente aquecida em mufla a (550 ± 10) °C, por 2 horas, resfriada em dessecador e pesada;

- Evapore em banho-maria até a secagem;
- Carbonize em chapa aquecedora na capela e incinere em mufla a $(550 \pm 10)^\circ\text{C}$, pelo período aproximado de 4 horas;
- O resíduo deverá ficar branco ou ligeiramente acinzentado, caso contrário, resfrie, adicione 0,5 mL de água, seque em banho-maria e incinere novamente;
- Resfrie em dessecador e pese.

8.6.3.1. Cálculo

$$\frac{100 \times P}{A} = \text{resíduo por incineração (cinzas) \% m / v}$$

Onde:

P = n° de g de resíduo

A = n° de mL da amostra.

8.7. DETERMINAÇÃO DE GORDURA

8.7.1. Princípio

A gordura é determinada gravimetricamente, após a desnaturação das proteínas e carboidratos, utilizando ácido clorídrico sob aquecimento. O resíduo contendo a gordura é separado por filtração, seco e extraído com éter de petróleo (A.O.A.C, 1995).

8.7.2. Materiais

8.7.2.1. Equipamentos

- I. Balança analítica;
- II. Estufa;
- III. Chapa aquecedora;
- IV. Aparelho extrator de Soxhlet;
- V. Dessecador com sílica-gel;
- VI. Capela de exaustão.

8.7.2.2. Vidrarias e utensílios

- I. Espátula;
- II. Béqueres de 100, 600 e 1000 mL;
- III. Bastão de vidro;
- IV. Pérolas de vidro ou cacos de porcelana;
- V. Provetas de 100 mL;
- VI. Vidro de relógio;
- VII. Frasco Erlenmeyer de 500 mL;
- VIII. Funil de vidro;
- IX. Papel de filtro;
- X. Fita indicadora de pH de (0 - 14);
- XI. Balão de fundo chato com boca esmerilhada de 300 mL;
- XII. Pinça de metal.

8.7.2.3. Reagentes

- I. Ácido clorídrico;
- II. Éter de petróleo (30 - 60) °C;
- III. Solução de nitrato de prata 0,1 M.

8.7.3. Metodologia

- Pese aproximadamente 5 g da amostra, em béquer de 100 mL;
- Transfira para um béquer de 600 mL usando 100 mL de água, se necessário, utilize água à temperatura entre (30 - 40) °C, misture com um bastão de vidro;
- Adicione 60 mL de ácido clorídrico, algumas pérolas de vidro ou cacos de porcelana e tampe o béquer com um vidro de relógio;
- Aqueça o conjunto em chapa aquecedora até a fervura, mantenha fervura durante 30 minutos;
- À parte, aqueça aproximadamente 1000 mL de água até temperatura de (90 - 95) °C, adicione 100 mL desta água na solução da amostra ainda quente, lavando o vidro de relógio e filtre em papel de filtro previamente umedecido;

- Lave várias vezes o béquer e o resíduo do papel de filtro, cuidadosamente, com água quente até que o filtrado exiba reação neutra (utilizando fita indicadora de pH) ou ausência de cloreto (utilizando solução de nitrato de prata 0,1 M);
- Coloque o resíduo sobre um vidro de relógio, contendo um papel de filtro seco, seque na estufa à temperatura de $(103 \pm 2) ^\circ\text{C}$;
- Envolve em outro papel de filtro ou coloque em um dedal e transfira para o aparelho extrator de Soxhlet;
- Acople um balão de fundo chato de 300 mL previamente aquecido em estufa a $(103 \pm 2) ^\circ\text{C}$ por duas horas, resfriado e pesado ao aparelho extrator de Soxhlet;
- Extraia sob aquecimento, com aproximadamente 250 mL de éter de petróleo durante 4 horas;
- Retire o resíduo da extração e remova o solvente por destilação;
- Seque o balão contendo a gordura em estufa a $(103 \pm 2) ^\circ\text{C}$ por uma hora;
- Resfrie em dessecador e pese;
- Retorne à estufa por 30 minutos, resfrie em dessecador e pese;
- Repita as operações de aquecimento e resfriamento até peso constante.

8.7.3.1. Cálculo

$$\frac{100 \times N}{P} = \text{g de gordura \% m / m}$$

Onde:

N = n° de g de gordura

P = n° de gramas da amostra.

8.8. DETERMINAÇÃO DE GORDURA COM BUTIRÔMETRO DE GERBER

8.8.1. Princípio

O método mais empregado para a determinação de gordura no leite é o de Gerber, que baseia-se na quebra da emulsão do leite pela adição de ácido sulfúrico e álcool isoamílico, na centrifugação e posterior determinação da gordura. Esta determinação pode, ainda, ser feita em aparelhos automáticos (IAL, 2008; SILVA, 1997).

8.8.2. Materiais

8.8.2.1. Equipamentos

- I. Balança analítica;
- II. Chapa aquecedora;
- III. Termômetro.

8.8.2.2. Vidrarias e utensílios

- I. Béquer de 100 mL;
- II. Espátula;
- III. Bastão de vidro;
- IV. Balão de volumétrico de 100 mL.

8.8.3. Metodologia

- Pese exatamente 10 g da amostra em um béquer de 100 mL, dissolva com 30 mL de água a (40 - 50) °C com auxílio de um bastão de vidro, transfira para um balão volumétrico de 100 mL, resfrie e complete o volume;
- Pese os lactobutirômetros com suas respectivas rolhas para verificar se os mesmos estão com os pesos equivalentes;
- Transfira, com o auxílio de um pipetador automático, 10 mL de ácido sulfúrico para o butirômetro;

- Adicione lentamente, com o auxílio de pipeta volumétrica, 11 mL da amostra, evitando que se queime ao contato com o ácido;
- Junte, com o auxílio de um pipetador automático, 1 mL de álcool isoamílico;
- Estas adições devem ser feitas sem molhar internamente o gargalo do butirômetro; se isto acontecer, limpe cuidadosamente com um papel absorvente;
- Arrolhe o butirômetro, pese, utilizando luvas, e agite até completa dissolução;
- Centrifugue a (1200 ± 100) rpm durante 15 minutos, quando for usada a termocentrífuga;
- No caso de usar a centrífuga de Gerber, centrifugue por 5 minutos, leve para um banho-maria a (63 ± 2) °C, por 2 a 3 minutos, com a rolha para baixo;
- Retire o lactobutirômetro da termocentrífuga ou do banho na posição vertical (rolha para baixo);
- Manejando a rolha, coloque a camada amarela-clara, transparente (gordura), dentro da escala graduada do lactobutirômetro;
- O valor obtido na escala corresponde diretamente à porcentagem de gordura, cuja leitura deve ser feita no menisco inferior.

8.8.3.1. Cálculo

$$\text{gordura por cento } m / v = V \times 10$$

Onde:

V = valor lido na escala do butirômetro.

8.9. DETERMINAÇÃO DE PROTEÍNA – MÉTODO DE KJELDAHL CLÁSSICO

8.9.1. Princípio

O princípio é o mesmo que o apresentado em 5.9.1.

8.9.2. **Materiais**

Os materiais utilizados são os mesmos do item 5.9.2.

8.9.3. **Metodologia**

Para esta análise, siga a técnica descrita no item 5.9.3.

8.9.3.1. Cálculo

Para o cálculo utilize o mesmo do item 5.9.3.1.

8.10. DETERMINAÇÃO DE GLICÍDIOS REDUTORES EM LACTOSE

8.10.1. **Princípio**

O mesmo que o apresentado no item 5.7.1.

8.10.2. **Materiais**

Os materiais são apresentados no item 5.7.2.

8.10.3. **Metodologia**

- Pese aproximadamente 5 g da amostra em béquer de 100 mL;
- E seguir técnica descrita no item 5.7.3.

8.10.3.1. Cálculo

$$\frac{A \times 0,008 \times 100}{V \times P} = \text{lactose\% m / m}$$

Onde:

A = n° de mL de P g da amostra

V = n° de mL da solução da amostra gasto na titulação

P = n° de g da amostra.

8.11. DETERMINAÇÃO DE GLICÍDIOS NÃO REDUTORES EM SACAROSE

8.11.1. **Princípio**

O princípio é o mesmo que o apresentado em 5.8.1.

8.11.2. **Materiais**

Será utilizado os mesmo do item 5.8.2.

8.11.3. **Metodologia**

Seguir as técnicas descrita no item 5.8.3.

8.11.3.1. Cálculo

$$\left(\frac{A \times 0,05 \times 100}{V \times P} - \% \text{lactose} \right) \times 0,85 \text{ sacarose, por cento, m / m}$$

A = n° de mL da solução de P g da amostra.

V = n° de mL da solução da amostra gastos na titulação.

P = n° g da amostra.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. Official methods of analysis of the Association Official Analytical Chemists. v. 2, (method 963.15). 16th ed. Arlington: A.O.A.C., chapter 31, 1995. p. 10.

BRASIL. Leis, Decretos, etc. Instrução Normativa N° 22, de 14/04/03, do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Secretaria de Defesa Agropecuária. Diário Oficial, Brasília, 02/05/03, p. 11.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento Gabinete do Ministro INSTRUÇÃO NORMATIVA N° 46, DE 23 DE OUTUBRO DE 2007. DOU de 24/10/2007 (n° 205, Seção 1, pág. 4)

BRASIL. Ministério da Agricultura. Secretária Nacional de Defesa Agropecuária. Laboratório Nacional de Referência Animal. Métodos analíticos oficiais para controle de produtos de origem animal e seus ingredientes. II-métodos físicos e químicos. Brasília (DF), 1981, XVI p. 1.

Instituto Adolfo Lutz (São Paulo). Métodos físico-químicos para análise de alimentos /coordenadores Odair Zenebon, Neus Sadocco Pascuet e Paulo Tiglea - São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 2008 p. 1020

SILVA, P. H. F.et al. Físico-química do leite e derivados – Métodos Analíticos. Juiz de Fora: Minas Gerais. 1997. p. 154-155.

CAPÍTULO 9
BEBIDA LACTEA

9. BEBIDA LÁCTEA

9.1. DEFINIÇÃO

Entende-se por bebida láctea o produto obtido a partir de leite ou leite reconstituído e/ou derivados de leite, reconstituídos ou não, fermentado ou não, com ou sem adição de outros ingredientes, onde a base láctea represente pelo menos 51% m/m do total de ingredientes do produto (BRASIL, 2005).

As determinações são as mesmas do leite fermentado.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Regulamento técnico de identidade e qualidade de bebida láctea. Instrução normativa nº 16, de 23 de agosto de 2005.

CAPÍTULO 10

QUEIJO

10. QUEIJO

10.1. DEFINIÇÃO

Entende-se por queijo o produto fresco ou maturado que se obtém por separação parcial do soro do leite ou leite reconstituído (integral, parcial ou totalmente desnatado) ou de soros lácteos, coagulados pela ação física do coalho, enzimas específicas de bactérias específicas, de ácidos orgânicos, isolados ou combinados, todos de qualidade apta para uso alimentar, com ou sem agregação de substâncias alimentícias e/ou especiarias e/ou condimentos, aditivos especificamente indicados, substâncias aromatizantes e matérias corantes.

Entende-se por queijo fresco o que está pronto para o consumo logo após a sua fabricação.

Entende-se por queijo maturado o que sofreu as trocas bioquímicas e físicas necessárias e características da variedade do queijo.

A denominação Queijo está reservada aos produtos em que a base láctea não contenha gordura e/ou proteína de origem não láctea.

Deverá ser atendido o Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade específico, oficialmente adotado.

Entende-se por Queijo Danbo, o queijo maturado que se obtém por coagulação do leite por meio do coalho e/ou outras enzimas coagulantes apropriadas, complementada ou não pela ação de bactérias lácteas específicas.

Entende-se por Queijo Pategrás Sandwich, o queijo maturado que se obtém por coagulação do leite por meio do coalho e/ou outras enzimas coagulantes apropriadas, complementada ou não pela ação de bactérias lácteas específicas.

Entende-se por Queijo Tandil, o queijo maturado que se obtém por coagulação do leite por meio do coalho e/ou outras enzimas coagulantes apropriadas, complementada ou não pela ação de bactérias lácteas específicas.

Entende-se por Queijo Tybo, o queijo maturado que se obtém por coagulação do leite por meio do coalho e/ou outras enzimas coagulantes apropriadas, complementada ou não pela ação de bactérias lácteas específicas (BRASIL, 1952).

10.1.1. Características físico-química de queijo

De acordo com o conteúdo de matéria gorda no extrato seco, em percentagem, os queijos classificam-se em:

Quadro 11. Classificação do queijos pela matéria gorda

-Extra gordo	Quando contenham o mínimo de 60%
-Gordos:	Quando contenham entre 45,0 e 59,9%
-Semigordo:	Quando contenham entre 25,0 e 44,9%
- Magros:	Quando contenham entre 10,0 e 24,9%
- Desnatados	Quando contenham menos de 10,0%

Fonte: BRASIL, 1996

De acordo com o conteúdo de umidade, em percentagem, os queijos classificam-se em:

Quadro 12. Classificação dos queijos pela umidade

Queijo de baixa umidade	(Geralmente conhecidos como queijo de massa dura): umidade de até 35,9%.
Queijos de média umidade	(Geralmente conhecidos como queijo de massa semidura): umidade entre 36,0 e 45,9%.
Queijos de alta umidade	(Geralmente conhecido como de massa branda ou “macios”): umidade entre 46,0 e 54,9%.
Queijos de muita alta umidade	(Geralmente conhecidos como de massa branda ou “mole”): umidade não inferior a 55,0%.

Fonte: BRASIL, 1996

Quando submetidos ou não a tratamento térmico logo após a fermentação, os queijos de muita alta umidade se classificarão em:

- Queijos de muita alta umidade tratados termicamente.
- Queijos de muita alta umidade.

10.1.1.1. Queijo tipo Batavo

I. Características sensoriais

Consistência: compacta, semi-dura de untura manteigosa;

Cor: amarelada;

Crosta: fina, lisa, de cor amarelada e parafinada;

Odor: característico;

Sabor: forte e tendendo a picante;

Textura: olhadura irregular pequena e pouco numerosa.

II. Forma e peso

Formato: cilíndrico baixo ou paralelepípedo;

Peso: 1 a 3 kg.

III. Preparo da amostra

Cortar várias porções da amostra. Retirar a parte não comestível da amostra e triturar em processador, homogeneizar e acondicionar em frasco de boca larga com tampa.

Conservar em geladeira.

10.1.1.2. Queijo tipo Cheddar

I. Características sensoriais

Consistência: dura, meio friável de untura seca;

Cor: amarelo-palha, homogênea, translúcida;

Crosta: fina, firme, meio rugosa de cor amarelo-parda, untura de óleo

vegetal, com ou sem parafina;
Odor: característico;
Sabor: característico, suave e adocicado;
Textura: fechada.

II. Forma e peso

Formato: cilíndrico, bordas retas e faces planas formando ângulo vivo;
Peso: 7 a 8 kg.

III. Preparo da amostra

Cortar várias porções da amostra. Retirar a parte não comestível da amostra e triturar em processador, homogeneizar e acondicionar em frasco de boca larga com tampa.

Conservar em geladeira.

10.1.1.3. Queijo de Coalho

I. Características sensoriais

Consistência: semidura, elástica;
Cor: branco amarelado uniforme;
Crosta: fina, sem trinca, não sendo usual a formação de casca bem definida;
Odor: ligeiramente ácido, lembrando massa coagulada;
Sabor: brando, ligeiramente ácido, podendo ser salgado;
Textura: algumas olhaduras pequenas ou sem olhaduras.

II. Forma e peso

Formato: variável;
Peso: variável.

III. Preparo da amostra

Cortar várias porções da amostra. Triturar em processador, homogenei-

zar e acondicionar em frasco de boca larga com tampa.
Conservar em geladeira.

10.1.1.4. Queijo Danbo

I. Características sensoriais

Consistência: semi-dura, elástica;

Cor: branco - amarelado, uniforme;

Crosta: não possui;

Odor: característico, pouco acentuado;

Sabor: láctico, suave, ligeiramente salgado, característico;

Textura: compacta, lisa, não granulada ou com algumas olhaduras pequenas bem distribuídas.

II. Forma e peso

Formato: paralelepípedo de seção transversal retangular;

Peso: 2 a 6 kg.

III. Preparo da amostra

Cortar várias porções da amostra. Triturar em processador, homogeneizar e acondicionar em frasco de boca larga.

Conservar em geladeira.

10.1.1.5. Queijo tipo Edam ou Reino

I. Características sensoriais

Consistência: massa semi-dura, pouco elástica de untura tendendo a seca;

Cor: amarelo-palha ou amarelada, homogênea, podendo ter tonalidade rósea;

Crosta: fina, lisa de coloração vermelho ou róseo com ou sem parafina;

Odor: característico;

Sabor: característico, suavemente picante, com sabor adocicado;

Textura: aberta, com olhos de contorno nítido de fundo brilhante de aproximadamente 3 mm.

II. Forma e Peso

Formato: esférico;

Peso: 1,8 a 2 kg.

III. Preparo da amostra

Cortar várias porções da amostra. Retirar a parte não comestível da amostra e triturar em processador, homogeneizar e acondicionar em frasco de boca larga com tampa.

Conservar em geladeira.

10.1.1.6. Queijo tipo Emental

Características sensoriais

Consistência: semi-dura, elástica de untura semi-manteigosa;

Cor: amarelo-claro, homogênea e translúcida;

Crosta: firme, grossa, lisa de cor amarelo-parda;

Odor: característico;

Sabor: característico, agradável, de sabor tendendo a adocicado e picante suave;

Textura: olhadura bem formada com olhos de 10 a 25 mm de diâmetro.

II. Forma e peso

Formato: variável;

Peso: 60 a 120 kg.

III. Preparo da amostra

Cortar várias porções da amostra. Retirar a parte não comestível da amostra e triturar em processador, homogeneizar e acondicionar em frasco de boca larga com tampa. Conservar em geladeira.

10.1.1.7. Queijo tipo Estepe

I. Características sensoriais

Consistência: compacta, semi-dura, elástica de untura manteigosa;

Cor: amarelo palha;

Crosta: grossa, bem formada, lisa, amarelada, com ou sem parafina;

Odor: característico, semelhante ao queijo prato, mais pronunciado;

Sabor: suave, não picante e adocicado;

Textura: olhadura redonda ou ovalar, regularmente distribuída e pouco numerosa e com olhos de 3 a 5 mm, de fundo raso e brilhante.

II. Forma e peso

Formato: retangular, com ângulos vivos;

Peso: 5,5 a 6,5 kg.

III. Preparo da amostra

Cortar várias porções da amostra. Retirar a parte não comestível da amostra e triturar em processador, homogeneizar e acondicionar em frasco de boca larga com tampa.

Conservar em geladeira.

10.1.1.8. Queijo Gouda

I. Características sensoriais

Aspecto: semelhante ao queijo prato, apresentando textura mais firme e de paladar mais picante;

Cor: amarelado ou amarelo-palha;

Crosta: não possui ou com crosta fina, lisa, sem trincas;

Odor: característico;

Sabor: mais picante que o queijo prato, característico;

Textura: mais firme que a do queijo prato.

II. Preparo da amostra

Cortar várias porções da amostra. Retirar a parte não comestível da amostra e triturar em processador, homogeneizar e acondicionar em frasco de boca larga com tampa.

Conservar em geladeira.

10.1.1.9. Queijo tipo Gruyère

I. Características sensoriais

Consistência: semi-dura, elástica de untura semi-manteigosa;

Cor: amarelo-claro, homogênea e translúcida;

Crosta: firme, grossa, lisa de cor amarelo-parda;

Odor: característico;

Sabor: característico, agradável, de sabor tendendo a adocicado e picante suave;

Textura: olhadura ovalar com olhos de 4 a 10 mm de diâmetro, regularmente distribuídos.

II. Forma e peso

Formato: cilíndrico, de faces planas e bordas ligeiramente convexas, formando ângulo vivo;

Peso: 20 a 45 kg.

III. Preparo da amostra

Cortar várias porções da amostra. Retirar a parte não comestível da amostra e triturar em processador, homogeneizar e acondicionar em frasco de boca larga com tampa.

Conservar em geladeira.

10.1.1.10. Queijo tipo Limburgo

I. Características sensoriais

Consistência: pastosa, tendendo a mole e de untura manteigosa;

Cor: branco-creme, podendo apresentar leve tonalidade rósea;

Crosta: fina, lisa, úmida e pegajosa;

Odor: característico, tendendo a amoniacal;

Sabor: característico, salgado e picante;

Textura: fechada ou com poucos buracos mecânicos.

II. Forma e peso

Formato: paralelepípedo;

Peso: 250 a 300g.

III. Preparo da amostra

Cortar várias porções da amostra. Retirar a parte não comestível da amostra e triturar em processador, homogeneizar e acondicionar em frasco de boca larga com tampa.

Conservar em geladeira.

10.1.1.11. Queijo de Manteiga ou do Sertão

I. Características sensoriais

Consistência: macia, tendendo à untuosidade;

Cor: amarelo-palha;

Crosta: fina, sem trinca;

Odor: pouco pronunciado, lembrando manteiga;

Sabor: pouco acentuado, lembrando manteiga, levemente ácido e podendo ser salgado;

Textura: fechada, semi-friável, com pequenos orifícios mecânicos contendo gordura líquida no seu interior.

II. Forma e peso

Formato: variável;

Peso: variável.

Preparo da amostra

Cortar várias porções da amostra. Retirar a parte não comestível da amostra e triturar em processador, homogeneizar e acondicionar em frasco de boca larga com tampa.

Conservar em geladeira.

10.1.1.12. Queijo Minas padrão

I. Características sensoriais

Consistência: semi-dura, tendendo a macia e de untura manteigosa;

Cor: branco-creme;

Crosta: fina, amarelada com ou sem revestimento de parafina;

Odor: característico;

Sabor: característico, ácido agradável e não picante;

Textura: buracos mecânicos e em cabeça de alfinetes, poucos numerosos.

II. Forma e peso

Formato: cilíndrico;

Peso: 1 a 1,2 kg.

III. Preparo da amostra

Cortar várias porções da amostra. Retirar a parte não comestível da amostra e triturar em processador, homogeneizar e acondicionar em frasco de boca larga com tampa.

Conservar em geladeira.

10.1.1.13. Queijo Minas frescal

I. Características sensoriais

Consistência: branda, macia;

Cor: esbranquiçada;

Crosta: não possui ou crosta fina;

Odor: característico, suave;

Sabor: característico, suave ou levemente ácido;

Textura: com ou sem olhaduras mecânicas.

II. Forma e peso

Formato: cilíndrico;

Peso: 0,3 a 5 kg.

III. Preparo da amostra

Cortar várias porções da amostra. Retirar a parte não comestível da amostra e triturar em processador, homogeneizar e acondicionar em frasco de boca larga com tampa.

Conservar em geladeira.

10.1.1.14. Queijo Mussarela

I. Características sensoriais

Consistência: semi-dura e semi-suave;

Cor: branco a amarelado, uniforme, segundo o conteúdo de matéria gorda, umidade e grau de maturação;

Crosta: não possui;

Odor: láctico, pouco perceptível;

Sabor: láctico, pouco desenvolvido a ligeiramente picante;

Textura: fibrosa, elástica e fechada.

II. Forma e peso

Formato: variável;

Peso: variável.

Observação: Quando o queijo mussarela contiver especiarias, condimentos e substâncias e/ou aromatizante/saborizante, apresentará as características sensoriais de acordo com as adições efetuadas.

III. Preparo da amostra

Cortar várias porções da amostra. Retirar a parte não comestível da amostra e triturar em processador, homogeneizar e acondicionar em frasco de boca larga com tampa.

Conservar em geladeira.

10.1.1.15. Queijo em pó

I. Características sensoriais

Aroma: de queijo, característico de cada variedade, livre de odores estranhos;

Aspecto: pó fino, homogêneo;

Cor: esbranquiçado, amarelado, salvo naqueles produtos que contenham corantes ou outro ingrediente opcional em sua formulação, que confirmam cor ao produto final;

Sabor: de queijo, de acordo com a variedade ou a variedade de queijos que lhe transfiram sabor característico ou de acordo ao aromatizante/saborizante utilizado em sua elaboração e livre de sabores estranhos.

II. Preparo da amostra

Homogeneizar a amostra, passar quantidade suficiente para vidro de boca larga e fechar hermeticamente.

10.1.1.16. Queijo Pategrás Sandwich

I. Características sensoriais

Consistência: semi-dura, elástica;

Cor: branco amarelado, uniforme;

Crosta: lisa, consistente, bem formada, sem rachaduras nem trincas, ou sem crosta;

Odor: característico;

Sabor: acentuado, característico, ligeiramente picante;

Textura: compacta, lisa, não granulosa, podendo apresentar algumas aberturas mecânicas e alguns olhos pequenos ou médios bem distribuídos.

II. Forma e peso

Formato: paralelepípedo de seção transversal retangular;

Peso: 3 a 5 kg.

III. Preparo da amostra

Cortar várias porções da amostra. Retirar a parte não comestível da amostra e triturar em processador, homogeneizar e acondicionar em frasco de boca larga com tampa.

Conservar em geladeira.

10.1.1.17. Queijos tipo Parmesão, Parmesano Reggiano, Reggianito e Sbrinz

I. Características sensoriais

Consistência: dura e maciça de untura seca;

Cor: amarelo-palha, homogêneo;

Crosta: lisa, firme, não pegajosa, untura com óleo secativo ou verniz próprio;

Odor: característico e forte;

Sabor: característico, picante e forte;

Textura: compacta e fechada, com olhos pequenos e no formato de cabeça de alfinete, superfície de fratura granulosa, de grânulos pequenos e homogêneos.

II. Forma e peso

Formato: cilíndrico de faces planas, de perfil ligeiramente convexo.

Peso:

Parmessão: 4 a 8 kg;

Reggianito e Sbrinz: 5 a 10 kg;

Parmesano: mais de 20 kg;

Reggiano: 10 a 20 kg.

III. Preparo da amostra

Cortar várias porções da amostra. Retirar a parte não comestível da amostra e triturar em processador, homogeneizar e acondicionar em frasco de boca larga com tampa.

Conservar em geladeira.

10.1.1.18. Queijo Prato

I. Características sensoriais

Consistência: semi-dura, elástica;

Cor: amarelado ou amarelo-palha;

Crosta: não possui ou com crosta fina, lisa e sem trincas;

Odor: característico;

Sabor: característico;

Textura: compacta, lisa, fechada, com alguns olhos pequenos arredondados e/ou algumas olhaduras mecânicas.

II. Forma e peso

Formato: Queijo Prato, Queijo Prato (lanche ou sandwich): paralelepípedo de seção transversal, retangular;

Queijo Prato (cobocó): cilíndrico;

Queijo Prato (esférico ou bola): esférico.

Peso: 0,4 a 5 Kg.

III. Preparo da amostra

Cortar várias porções da amostra. Retirar a parte não comestível da amostra e triturar em processador, homogeneizar e acondicionar em frasco de boca larga com tampa.

Conservar em geladeira.

10.1.1.19. Queijo Processado ou Fundido, Processado Pasteurizado e Processado Fundido UHT

I. Características sensoriais

Consistência: firme, macia ou cremosa;

Cor, odor e sabor: similar ao queijo ou mistura de queijos utilizados, ou de acordo com os corantes, saborizantes/aromatizantes e ou outras substâncias alimentícias utilizadas em sua elaboração;

Textura: fechada e fina.

II. Forma e peso

Formato: variável, ralado ou fatiado (em fatias ou em rodelas) e outras.

III. Preparo da amostra

Cortar várias porções da amostra. Retirar a parte não comestível da amostra e triturar em processador, homogeneizar e acondicionar em frasco de boca larga com tampa.

Conservar em geladeira.

10.1.1.20. Queijo tipo Provolone Fresco

I. Características sensoriais

Consistência: semi-dura e semi-suave;

Cor: branco a amarelado, uniforme, segundo o conteúdo de matéria gorda, umidade e grau de maturação;

Crosta: não possui;

Odor: láctico, pouco desenvolvido;

Sabor: láctico, pouco desenvolvido a ligeiramente picante;

Textura: fibrosa, elástica e fechada.

II. Forma e peso

Formato: variável, tendente a esférico;

Peso: 0,5 kg a 2,0kg.

III. Preparo da amostra

Cortar várias porções da amostra. Retirar a parte não comestível da amostra e triturar em processador, homogeneizar e acondicionar em frasco de boca larga com tampa.

Conservar em geladeira.

10.1.1.21. Queijo tipo Provolone Curado

I. Características sensoriais

Consistência: dura, não elástica, quebradiça, de untura semi-seca;

Cor: branco-creme, homogênea;

Crosta: fina, lisa, resistente, destacável, cor amareloparda com ou sem parafina;

Odor: característico;

Sabor: característico, forte e picante;

Textura: fechada ou apresentando poucos olhos em formato de cabeça de alfinete.

II. Forma e peso

Formato: tendente a esférico ou oval;

Peso: 1 a 8 kg.

III. Preparo da amostra

Cortar várias porções da amostra. Retirar a parte não comestível da amostra e triturar em processador, homogeneizar e acondicionar em frasco de boca larga com tampa.

Conservar em geladeira.

10.1.1.22. Queijo Ralado

I. Características sensoriais

Aspecto e textura: grânulos ou filetes mais ou menos finos;

Cor: branco amarelado e amarelo, dependendo da variedade de queijos das quais provenha;

Odor: característico, mais ou menos intenso, de acordo com a variedade ou variedades de queijos das quais provenha.

II. Preparo da amostra

Homogeneizar a amostra, passar quantidade suficiente para vidro de boca larga com tampa. Conservar em geladeira.

10.1.1.23. Queijo tipo Roquefort e Gorgonzola

I. Características sensoriais

Consistência: mole, esfarelante, com untura manteigosa;

Cor: branco-creme à amarelada, apresentando formações características verde azuladas bem distribuídas, devido ao *Penicillium roqueforti*;

Crosta: fina, úmida, pegajosa, de cor amarelada;

Odor: característico;

Sabor: salgado e picante;

Textura: fechada ou com poucos e pequenos buracos mecânicos.

II. Forma e peso

Formato: cilíndrico;

Peso: 2 e 2,2 kg.

III. Preparo da amostra

Cortar várias porções da amostra. Retirar a parte não comestível da amostra e triturar em processador, homogeneizar e acondicionar em frasco de boca larga com tampa.

Conservar em geladeira.

10.1.1.24. Queijo Siciliano e Fontina

I. Características sensoriais

Consistência: massa semi-dura, elástica e de untura semi-manteigosa;

Cor: branco-creme e amarelo-palha, homogênea;

Crosta: grossa, lisa de cor amarelada, preferentemente revestida de parafina;

Odor: característico e picante;

Sabor: característico e picante;

Textura: fechada ou com poucos olhos redondos e semelhante aos do prato.

II. Forma e peso

Formato:

Siciliano: paralelepípedo;

Fontina: cilíndrico.

Peso:

Siciliano: 1,8 a 2 kg;

Fontina: 0,9 a 1,0 kg.

III. Preparo da amostra

Cortar várias porções da amostra. Retirar a parte não comestível da amostra e triturar em processador, homogeneizar e acondicionar em frasco de boca larga com tampa.

Conservar em geladeira.

10.1.1.25. Queijo Tandil

I. Características sensoriais

Consistência: semi-dura, elástica;

Cor: branco amarelado, uniforme;

Crosta: lisa, consistente, bem formada, sem rachaduras nem trincas, ou sem crosta;

Odor: característicos, pouco acentuado;

Sabor: láctico, suave, ligeiramente salgado, característico;

Textura: compacta, lisa não granulosa, podendo apresentar algumas aberturas mecânicas, e alguns olhos pequenos, bem distribuídos.

II. Forma e peso

Formato: paralelepípedo de secção transversal, quadrado ou retangular;

Peso: 1 a 4kg.

III. Preparo da amostra

Cortar várias porções da amostra. Retirar a parte não comestível da amostra e triturar em processador, homogeneizar e acondicionar em frasco de boca larga com tampa.

Conservar em geladeira.

10.1.1.26. Queijo Tilsit

I. Características sensoriais

Consistência: semi-dura, elástica;

Cor: branco amarelado, uniforme;

Crosta: não possui;

Odor: característico, pouco acentuado;

Sabor: láctico, suave, ligeiramente salgado, característico;

Textura: compacta, lisa, não granulosa ou com alguns olhos pequenos, bem distribuídos.

II. Forma e peso

Formato: paralelepípedo de seção transversal retangular;

Peso: 2 a 4 kg.

III. Preparo da amostra

Cortar várias porções da amostra. Retirar a parte não comestível da amostra e triturar em processador, homogeneizar e acondicionar em frasco de boca larga com tampa.

Conservar em geladeira.

10.1.1.27. Queijo Tybo

I. Características sensoriais

Consistência: semi-dura, elástica;

Cor: branco amarelado, uniforme;

Crosta: lisa, consistente, bem formada, sem rachaduras, nem trincas ou sem crosta;

Odor: característico, pouco acentuado;

Sabor: láctico suave, ligeiramente salgado, característico;

Textura: compacta, lisa, não granulosa, podendo apresentar alguns olhos pequenos e bem disseminados.

II. Forma e peso

Formato: paralelepípedo de seção transversal retangular;

Peso: 3 a 5 kg.

III. Preparo da amostra

Cortar várias porções da amostra. Retirar a parte não comestível da amostra e triturar em processador, homogeneizar e acondicionar em frasco de boca larga com tampa.

Conservar em geladeira.

10.2. DETERMINAÇÃO DE AMIDO

10.2.1. Princípio

O princípio é o mesmo que o apresentado em 5.2.1.

10.2.2. Materiais

Os materiais utilizados são os mesmos do item 5.2.2.

10.2.3. Metodologia

Para esta análise, siga a técnica descrita no item 5.2.3.

10.3. DETERMINAÇÃO DE ACIDEZ TITULÁVEL DE QUEIJO

10.3.1. Princípio

Os ácidos graxos livres solúveis são extraídos com água a 40 °C e neutralizados até o ponto de equivalência, com solução alcalina de concentração conhecida, utilizando como indicador fenolftaleína (BRASIL, 2006).

10.3.2. Materiais

10.3.2.1. Equipamentos

- I. Balança analítica.

10.3.2.2. Vidrarias e utensílios

- I. Balão volumétrico de 100 mL;
- II. Béquer de 150 mL;
- III. Bureta de 25 mL;
- IV. Funil;
- V. Pipeta volumétrica de 50 mL.

10.3.2.3. Reagentes

- I. Solução alcoólica de fenolftaleína (C₂₀H₁₄O₄) a 1 % (m/v);
- II. Solução de hidróxido de sódio (NaOH) 0,1 N.

10.3.3. Metodologia

- Transferir 10 g da amostra para um béquer de 150 mL, acrescentar cerca de 50 mL de água morna isenta de gás carbônico (CO₂) (40°C) e agitar com bastão de vidro até dissolução possível;
- Transferir quantitativamente para balão volumétrico de 100 mL, esfriar em água corrente e completar o volume;
- Transferir uma alíquota de 50 mL para um béquer de 150 mL, acrescentar 10 gotas de solução alcoólica de fenolftaleína a 1 % e titular com solução de hidróxido de sódio 0,1 N até leve coloração rósea persistente por aproximadamente 30 segundos.

10.3.3.1. Cálculo

$$\% \text{ em ácido lático} = V \times f \times 0,9m$$

Onde:

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

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

0,9 = fator de conversão do ácido lático;

m = massa da amostra na alíquota, em gramas.

10.4. DETERMINAÇÃO DE RESÍDUO MINERAL FIXO PARA QUEIJO

10.4.1. Princípio

O princípio é o mesmo que o apresentado do item 5.5.1

10.4.2. Materiais

Os materiais vidrarias e reagentes utilizados são os mesmo do item 5.5.2;5.5.2.1;5.5.2.2

10.4.3. Metodologia

Para esta análise, siga a técnica descrita no item 5.5.3

10.4.4. Cálculo¹³

O cálculo é o mesmo do item 5.5.3.1

10.5. DETERMINAÇÃO DE CLORETOS MÉTODO ARGENTOMÉTRICO

10.5.1. Princípio

Os cloretos são precipitados sob a forma de cloreto de prata, em pH levemente alcalino em presença do cromato de potássio usado como indicador. O final da titulação é visualizado pela formação do precipitado vermelho tijolo de cromato de prata (BRASIL, 2006).

10.5.2. Materiais

10.5.2.1. Equipamentos

- I. Balança analítica;
- II. Banho-maria ou estufa.

10.5.2.2. Vidrarias e utensílios

- I. Béquer ou copo de alumínio de 250 mL;
- II. Bureta de 25 mL;
- III. Erlenmeyer de 125 mL;

¹³Reservar o resíduo mineral fixo, para determinar alcalinidade das cinzas, e do queijo para determinação de cloretos.

- IV. Pipetas graduada de 1 e 5 mL;
- V. Pipetador tipo papagaio com capacidade de 15 mL;
- VI. Proveta de 50 mL.

10.5.2.3. Reagentes

- I. Éter de petróleo p.a.; n-hexano (C₆H₁₄) P.A.;
- II. Solução de cromato de potássio (K₂CrO₄) a 5 % (m/v);
- III. Solução de nitrato de prata (AgNO₃) 0,1 N.

10.5.3. Metodologia

Partindo do obtido da análise de resíduo mineral fixo, transferir o resíduo para erlenmeyer de 125 mL, utilizando cerca de 50 mL de água morna, adicionar 1 mL de solução de cromato de potássio a 5 % e titular com solução de nitrato de prata 0,1 N, até coloração vermelho tijolo.

10.5.3.1. Cálculo

$$\%NaCl = V_x f_x N_x 0,0585 \times 100m$$

Onde:

V = volume da solução de nitrato de prata 0,1 N gasto na titulação, em mL;

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

m = massa da amostra, em gramas;

N = normalidade da solução de nitrato de prata 0,1 N; 0,0585 = miliequivalente-grama do cloreto de sódio.

10.6. DETERMINAÇÃO DE ÍNDICE DE INSOLUBILIDADE

10.6.1. Princípio

O princípio é o mesmo apresentado em 3.6.1.

10.6.2. Materiais

10.6.2.1. Equipamentos

Os materiais utilizados são os mesmos do item 3.6.2.

10.6.3. Metodologia

- Pesar 7,0 g. e Proceder seguindo a técnica descrita no item 3.6.3.

10.7. DETERMINAÇÃO DE LIPÍDIOS PELO MÉTODO BUTIROMÉTRICO PARA QUEIJO

10.7.1. Princípio

Baseia-se no ataque seletivo da matéria orgânica por meio de ácido sulfúrico, com exceção da gordura que será separada por centrifugação, auxiliada pelo álcool amílico, que modifica a tensão superficial (BRASIL, 2006).

10.7.2. Materiais

10.7.2.1. Equipamentos

- I. Balança analítica;
- II. Banho-maria;
- III. Centrifuga de Gerber.

10.7.2.2. Vidrarias e utensílios

- I. Butirômetro de Gerber para queijo com rolhas;
- II. Pipetas graduadas de 1, 5 e 10 ml ou dispensadores.

10.7.2.3. Reagentes

- I. Solução de ácido sulfúrico (H_2SO_4) densidade de 1,820 a 1,825 a 20 °C: transferir 125 mL de água para um frasco de vidro de paredes resistentes.
- II. Colocar o frasco em um banho de gelo. Medir 925 mL de ácido sulfúrico p.a., com densidade de 1,840 e transferir lenta e cuidadosamente pelas paredes do frasco contendo a água.
- III. Agitar cuidadosamente o frasco contendo a mistura (a reação é fortemente exotérmica). Esfriara solução até a temperatura de 20 °C e conferir a densidade com um densímetro adequado.

IV. Álcool isoamílico ($C_5H_{12}O$) densidade de 0,81 a 20 °C.

10.7.3. Metodologia

- Pesar exatamente 3 g da amostra homogeneizada diretamente no copo do butirômetro. Acoplar o copo do butirômetro à parte inferior de forma a ficar bem vedado;
- Em seguida adicionar cerca de 5 mL de água, 10 mL da solução de ácido sulfúrico e 1 mL de álcool isoamílico;
- Transferir o butirômetro para banho-maria a 65 °C para auxiliar na dissolução da amostra;
- Colocar a tampa no butirômetro e agitá-lo até que se dissolva toda a amostra. Realizar esta agitação cuidadosamente, envolvendo o butirômetro em uma toalha de mão para evitar acidentes;
- Quando a amostra se apresentar dissolvida, retirar a tampa superior do butirômetro e adicionar água até a última marcação deste;
- Enxugar a borda do butirômetro com papel absorvente e recolocar a tampa;
- Centrifugar por 10 minutos a 1200 rpm e ler a porcentagem de gordura diretamente na escala do butirômetro;
- Repetir as operações de aquecimento e centrifugação, se necessário;
- Fazer a leitura da porcentagem de gordura da amostra, diretamente na escala do butirômetro.

10.8. DETERMINAÇÃO DE NITROGÊNIO TOTAL

10.8.1. Princípio

Baseia-se na transformação do nitrogênio da amostra em sulfato de amônio através da digestão com ácido sulfúrico P.A. e posterior

destilação com liberação da amônia, que é fixada em solução ácida e titulada. Pode-se expressar os resultados em proteína, multiplicando-se a porcentagem do nitrogênio total por fator específico (BRASIL, 2006).

10.8.2. Materiais

10.8.2.1. Equipamentos

- I. Aparelho ou bloco digestor e destilador macro,
- II. Semi micro ou micro-Kjeldahl;
- III. Balança analítica.

10.8.2.2. Vidrarias e utensílios

- I. Balão de Kjeldahl de 800 mL ou tubo de Kjeldahl de 250 ou 100 mL;
- II. Béquer de 250 mL;
- III. Buretas de 25 ou 50 mL;
- IV. Erlenmeyers de 125 ou 250 mL;
- V. Espátula;
- VI. Papel indicador universal de pH;
- VII. Papel de pesagem (papel vegetal livre de nitrogênio);
- VIII. Pipeta graduada de 1 e 10 mL;
- IX. Provetas de 50, 100 e 250 mL;
- X. Tenaz metálica.

10.8.2.3. Reagentes

- I. Ácido sulfúrico (H_2SO_4) P.A.;
- II. Anti-espumante (talco, parafina ou silicone);
- III. Indicador misto: Pesar 0,132 g de vermelho de metila ($\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{N}_3\text{O}_2$) e 0,06 g de verde de bromocresol ($\text{C}_{21}\text{H}_{14}\text{Br}_4\text{O}_5\text{S}$). Dissolver em 200 mL de solução de álcool etílico a 70 % (v/v). Filtrar se necessário e guardar em frasco âmbar. O indicador misto poderá ser incorporado à solução de ácido bórico a 4 % na proporção de 8 mL por litro.

Mistura catalítica:

- I. Sulfato de potássio (K_2SO_4) p.a., sulfato de sódio anidro (Na_2SO_4) p.a. ou bissulfato de potássio ($KHSO_4$) p.a.; b) Sulfato de cobre pentahidratado ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) p.a.; c) Misturar (a) e (b) na proporção de (10+1), triturando em gral de porcelana até obter um pó fino;
- II. Solução de ácido bórico (H_3BO_3) a 4 % (m/v): pesar 4 g de ácido bórico p.a., transferir para um béquer de 250 mL, adicionar 80 mL de água e aquecer sob agitação branda até dissolução. Resfriar, transferir para balão volumétrico de 100 mL e completar com água. Filtrar se necessário; Solução de hidróxido de sódio (NaOH) a 50 % (m/v);
- III. Solução padrão de ácido sulfúrico (H_2SO_4) 0,1 N ou solução padrão de ácido clorídrico (HCl) 0,1 N; Zinco metálico granulado.

10.8.3. Metodologia

a) Micro e semi micro-Kjeldahl

Digestão ou mineralização:

- Pesar Micro: 0,25 g; Semi: 0,5 g; em balança analítica a amostra e transferir para tubo de Kjeldahl;
- Adicionar 2,5 g de mistura catalítica e 7 mL para micro e 10 mL para o semi micro de ácido sulfúrico P.A.;
- Aquecer em bloco digestor, a princípio, lentamente, mantendo a temperatura de 50 °C por 1 (uma) hora ou dependendo das instruções do fabricante do bloco digestor. Em seguida, elevar gradativamente até atingir 400 °C;
- Quando o líquido se tornar límpido e transparente, de tonalidade azul-esverdeada, retirar do aquecimento, deixar esfriar e adicionar 10 mL de água;

- Observação: para produtos muito gordurosos, digerir a amostra com adição de um antiespumante.

Destilação:

- Acoplar ao destilador um erlenmeyer contendo 20 mL de solução de ácido bórico a 4 % com 4 ou 5 gotas de solução de indicador misto (erlenmeyer receptor do destilado);
- Adaptar o tubo de Kjeldahl ao destilador e adicionar a solução de hidróxido de sódio a 50 % até que a mesma se torne negra (cerca de 20 mL);
- Proceder a destilação coletando cerca de 100 mL do destilado;
- A solução receptora deve ser mantida fria durante a destilação.

Titulação:

Titular com solução de ácido sulfúrico 0,1 N ou solução de ácido clorídrico 0,1 N até a viragem do indicador.

b) Macro-Kjeldahl

Digestão ou mineralização:

- Pesar 1,0 g. em balança analítica a amostra e transferir para balão de Kjeldahl;
- Adicionar 5 g de mistura catalítica, 20 mL de ácido sulfúrico p.a. e algumas pérolas de vidro ou pedaços de porcelana;
- Aquecer no digestor, a princípio, lentamente e depois fortemente até emissão de vapores brancos (400 °C);
- Quando o líquido se tornar límpido, de tonalidade azul-esverdeada (após 2 horas de digestão), retirar do digestor, deixar esfriar e adicionar 300 mL de água.

Destilação:

- Colocar 3 a 4 grânulos de zinco metálico no balão de digestão. Adicionar solução de hidróxido de sódio a 50 % até que a solução se torne negra (em torno de 100 mL). Receber o destilado em 25 mL de solução de ácido bórico a 4 % e 4 a 5 gotas de solução de indicador misto.

Titulação:

- Titular com solução de ácido sulfúrico 0,1 N ou solução de ácido clorídrico 0,1 N até a viragem do indicador.

10.8.3.1. Cálculo

$$\begin{aligned} \% \text{nitrogênio total} &= V \times N \times f \times 0,014 \times 100m \\ \% \text{proteína} &= \% \text{nitrogênio total} \times F \end{aligned}$$

Onde:

V = volume da solução de ácido sulfúrico 0,1 N, ou solução de ácido clorídrico 0,1 N, gasto na titulação após a correção do branco, em mL;

N = normalidade teórica da solução de ácido sulfúrico 0,1 N ou solução de ácido clorídrico 0,1 N; f = fator de correção da solução de ácido sulfúrico 0,1 N ou solução de ácido clorídrico 0,1 N; m = massa da amostra, em gramas;

F = fator de conversão da relação nitrogênio/proteína, F = 6,38.

Observações:

1) Verificar as condições da digestão utilizando uma quantidade de sacarose que consuma aproximadamente a mesma quantidade de ácido sulfúrico, que consumiria uma amostra típica do produto. Estimar a quantidade de sacarose com as seguintes informações:

1 g de gordura consome, 18 g de ácido;

1 g de proteína consome, 9 g de ácido;

1 g de carboidrato consome, 7 g de ácido;

1 g de sacarose consome, 7 g de ácido.

2) Verificar as condições do aparelho de destilação com solução padrão de sulfato de amônio ((NH₄)₂SO₄) P.A., cuja recuperação deve ser no mínimo 99,5 % em nitrogênio.

10.9. DETERMINAÇÃO DE UMIDADE E VOLÁTEIS E SÓLIDOS TOTAIS

10.9.1. Princípio

O princípio é o mesmo que o apresentado em 5.6.1.

10.9.2. Materiais

Os materiais utilizados são os mesmos do item 5.6.2.

10.9.3. Metodologia

Para esta análise, siga a técnica descrita no item 5.6.3.

10.9.3.1. Cálculo

Para o cálculo utilize o mesmo do item 5.6.3.1.

10.10. DETERMINAÇÃO DE UMIDADE E VOLÁTEIS E SÓLIDOS TOTAIS PARA QUEIJO EM PÓ

10.10.1. Princípio

Secagem de uma alíquota da amostra, a uma temperatura determinada, até massa constante e pesagem para determinação da perda de massa de umidade e voláteis (BRASIL, 2006).

10.10.2. Materiais

10.10.2.1. Equipamentos

- I. Balança analítica;
- II. Estufa com circulação de ar.

10.10.2.2. Vidrarias e utensílios

- I. Cápsulas de alumínio, vidro, aço inoxidável ou níquel, com cerca de 25 mm de profundidade e diâmetro de aproximadamente 50 mm, com tampa.

10.10.3. Metodologia

- Aquecer a cápsula e a sua tampa separadamente em uma estufa a $102 \pm 2^\circ\text{C}$ por 1 hora, colocar a tampa na cápsula, transferir para dessecador, esfriar até a temperatura ambiente e pesar;
- Transferir a amostra para cápsula colocar a tampa e pesar 1 a 3 gramas;
- Destampar a cápsula e colocá-la, com sua tampa, na estufa. A tampa deverá ficar apoiada na borda da respectiva cápsula, formando um ângulo entre esta e a estante da estufa;
- Manter o material a $102 \pm 2^\circ\text{C}$, por 2 horas;
- Tampar a cápsula, transferir para dessecador, destampar e esfriar a cápsula contendo a amostra dessecada, mantendo a tampa em posição similar à que manteve na estufa. Transferir a cápsula para a balança, colocar sua tampa e anotar o peso.

10.10.3.1. Cálculo

$$\% \text{umidade} = \frac{[(m_1 - m_2)]}{(m_1 - m_0)} \times 100$$

$$\% \text{sólidos totais} = 100 - \% \text{umidade}$$

Onde:

m_0 = massa da cápsula com sua tampa, em gramas;

m_1 = massa da cápsula com tampa + massa da alíquota da amostra, em gramas;

m_2 = massa da cápsula com tampa + massa dessecada da alíquota, em gramas.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BRASIL, Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº68 de 12 de dezembro de 2006: Oficializa os Métodos Analíticos Oficiais Físico-Químicos, para Controle de Leite e Produtos Lácteos, em conformidade com o anexo desta Instrução Normativa, determinando que sejam utilizados nos Laboratórios Nacionais Agropecuários. **Diário Oficial da União**. 2006. Disponível em: < <http://extranet.agricultura.gov.br/sislegis-consulta/consultarLegislacao.do?operacao=visualizar&id=17472>> Acesso em: 28.ago. 2016.

BRASIL. Ministro de Estado da Agricultura do Abastecimento e da Reforma Agrária, no uso da atribuição que lhe confere a Art. 87, II, da Constituição da República, e que nos termos do disposto no Regulamento da Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal, aprovado pelo Decreto nº 1.255, de 25 de junho de 1962, alterado pelo Decreto nº 1.812 de 08 de fevereiro de 1996. Considerando as Resoluções Mercosul/GMC números 69/93, 70/93, 71/93, 72/93, 82/93, 16/94, 43/94, 63/94, 76/94, 78/94 e 79/94 que aprovam os Regulamentos Técnicos de Identidades e Qualidades de Produtos Lácteos. Disponível em:<<http://www.agricultura.gov.br/>>. Acesso em: 29 ago. 2016.

BRASIL. Regulamento da inspeção industrial e sanitária de produtos de origem animalriispoa.Aprovado pelo decreto nº 30.691, de 29 de março de 1952, pelo presidente getúlio vargas, tendo em vista o que dispõe o art. 14 da lei nº 1.283, de 18 de dezembro de 1950. Disponível em: <http://www.agricultura.gov.br/arq_editor/file/Ministerio/concursos/em_andamento/Decretos/DEC%20030691%2029%2003%201952%20RIISPOA.doc>. Acesso em: 28 ago. 2016.

AUTORES

Amanda Thais Ghecki

Graduada em Tecnologia de Alimentos pela Universidade do Estado Do Pará – UEPA.

Otiniei Moreira do Nascimento

Graduado em Tecnologia de Alimentos pela Universidade do Estado Do Pará – UEPA. Graduando em Engenharia de produção pela Universidade Santo Amaro – Unisa Digital.

Douglas Wellington Ferreira e Ferreira

Graduado em Tecnologia de Alimentos pela Universidade do Estado do Pará – UEPA.

Izabel Bastos Pereira Neta

Graduada em Tecnologia de Alimentos pela Universidade do Estado do Pará – UEPA (2016).

Laira Lima da Silva

Graduada em Tecnologia de Alimentos pela Universidade do Estado do Pará – UEPA.

Vitória Nazaré Costa Seixas

Doutora em Ciência e Tecnologia de Alimentos pela Universidade Federal de Viçosa – UFV (2014). Mestre em Ciência Animal pela Universidade Federal do Pará – UFPA (2006) e Especialista em Processamento e Controle de qualidade em carne, leite e ovos pela Universidade de Lavras (2007). Atualmente é professora da Universidade do Estado Do Pará (UEPA) e médica veterinária da Secretaria Executiva de Saúde Pública (SESPA), atuando em vigilância sanitária de alimentos.




UEPA

The logo for the University of Education, Petaling Jaya (UEPA). It consists of a stylized blue 'E' graphic above the acronym 'UEPA' in a bold, blue, sans-serif font.