

AVALIAÇÃO DAS CARACTERÍSTICAS FÍSICO-QUÍMICAS DE LEITE EM PÓ

MAYLA M. RAMOS¹; SUELI R.BAGGIO²

Nº 0901016

Resumo

Foram realizadas as determinações de umidade, acidez total, lipídios totais e composição em ácidos graxos em nove marcas de leite em pó, sendo cinco marcas de leite em pó integral, três marcas de leite em pó desnatado e uma marca de leite em pó semidesnatado. Foram analisados seis lotes diferentes para cada uma das marcas estudadas. As amostras foram adquiridas no comércio da cidade de Campinas/SP. Os teores de umidade variaram de 3,1 a 4,8 g/100g, os de lipídios totais de 1,1 a 27,5 g/100g e a acidez total de 17,8 a 19,3 mL de NaOH 0,1N/10g de SNG. Os ácidos graxos saturados variaram de 0,5 a 15,9 g/100g, os monoinsaturados de 0,3 a 7,3 g/100g e os poliinsaturados de 0,1 a 1,2 g/100g. O ácido linoléico conjugado (CLA) variou de 0,01 a 0,3 g/100g e os isômeros *trans* de 0,01 a 1,1 g/100g.

Abstract

Moisture, total acidity, total lipids and fatty acid composition were determined in nine marks of the powder milk, with six different batches of each mark. The samples were acquired from supermarkets in Campinas, State of São Paulo, Brazil. The moisture content varied from 3.1 a 4.8 g/100g, total acidity from 17.8 a 19.3 mL de NaOH 0.1N/10g de SNG, total lipids from 1.1 a 27.5 g/100g. The fatty acid saturated fatty from 0.5 a 15.9 g/100g, monounsaturated from 0.3 a 7.3 g/100g and polyunsaturated from 0.1 a 1.2 g/100g. The conjugated linoleic acid (CLA) varied from 0.01 a 0.3 g/100g and fatty acid isomers *trans* from 0.01 a 1.1 g/100g.

1. Bolsista CNPq: Graduação em Engenharia de Alimentos, FEA/UNICAMP, Campinas-SP, email: mayla_mr@yahoo.com.br

2. Orientador: Pesquisador, CCQA/ITAL, Campinas-SP, email: sueli@ital.sp.gov.br

Introdução

Os teores de lipídios totais, bem como a sua composição, podem ser influenciados por fatores como a raça, os intervalos entre ordenhas, os períodos de lactação, o meio ambiente, a saúde e a alimentação das vacas (Grummer, 1991). Industrialmente, a quantidade de gordura caracteriza cada tipo de leite em pó. De acordo com o teor de lipídios, o leite em pó é classificado como: integral (teor de lipídios $\geq 26\%$); parcialmente desnatado ou semidesnatado (teor de lipídios entre 1,5 e 25,9%); desnatado (teor de lipídios $< 1,5\%$) (Portaria nº 146 de 07 de março de 1996 do Ministério da Agricultura e da Reforma Agrária).

A gordura do leite é provavelmente a mais complexa de todas as gorduras comestíveis. Centenas de ácidos graxos diferentes podem ser encontrados na fração lipídica do leite (Collomb & Bülher, 2000). Dos ácidos graxos presentes, especialmente o ácido butírico e o ácido linoléico conjugado (CLA) são importantes para a saúde por apresentarem propriedades biológicas, fisiológicas e nutricionais (Parodi, 1997). O CLA refere-se a uma mistura de isômeros posicionais e geométricos do ácido linoléico com duplas ligações conjugadas. Um dos isômeros, o *cis*-9, *trans*-11, foi identificado como um potente anticarcinogênico natural e modulador da resposta imune (Ip et al., 1994), enquanto o *trans*-10, *cis*-12 como um agente repartidor de nutrientes muito efetivo, isto é, afeta o metabolismo lipídico, sendo o responsável pela secreção da gordura do leite e pela redução da gordura na carcaça (Ostrowska et al., 1999).

As propriedades físico-químicas do leite em pó são muito influenciadas pela embalagem, pelas condições de estocagem e pelo manuseio do produto. O aumento da umidade relativa do ambiente em contato com o produto pode acarretar o aumento da umidade do leite, ocasionando a aglomeração do pó, permitindo o desenvolvimento de microorganismos e de fungos, potencialmente capazes de produzir micotoxinas prejudiciais à saúde. A acidez total pode ser um indicativo da presença de microorganismos na matéria-prima do leite em pó.

Este estudo tem como objetivo avaliar as características físico-químicas de leite em pó integral, semidesnatado e desnatado pela determinação de umidade, acidez total, lipídios totais e composição em ácidos graxos, permitindo uma avaliação da qualidade dos leites em pó analisados e uma verificação da concordância dos parâmetros estudados com os regulamentos brasileiros vigentes.

Material e Métodos

Amostras

Foram analisadas nove marcas diferentes de leite em pó, sendo cinco marcas de leite em pó integral, três marcas de leite em pó desnatado e uma marca de leite em pó semidesnatado. Foram analisados seis lotes diferentes para cada uma das marcas estudadas. As amostras foram adquiridas no comércio da cidade de Campinas/SP.

Determinação de Umidade

A umidade foi determinada por Karl Fischer a 50°C, usando como solvente uma mistura de metanol/1-decanol (1:1) (Bruttel; Schlink, 2006).

Determinação de Acidez Total

A acidez total foi determinada de acordo com o método FIL 86 (International Dairy Federation, 1981), consistindo na titulação potenciométrica de uma alíquota de amostra de aproximadamente 10 g com solução de NaOH 0,1N até pH 8,4.

Determinação de Lipídios Totais

Os lipídios totais foram extraídos de acordo com o método FIL-IDF 9A (International Dairy Federation, International Dairy Federation 1969), consistindo em uma hidrólise básica com solução de NH₄OH concentrada e posterior extração com álcool etílico 95%, éter etílico e éter de petróleo. Os teores de lipídios totais foram determinados gravimetricamente, após a evaporação do solvente, e os resultados expressos em g/100g de amostra.

Determinação da Composição em ácidos graxos

O extrato lipídico foi transesterificado de acordo com o método de Hartman e Lago (1973), usando solução de cloreto de amônia e ácido sulfúrico em metanol como agente esterificante. A cromatografia gasosa foi realizada em cromatógrafo Varian, modelo 3900, equipado com amostrador automático; injetor split, razão 75:1; coluna capilar de 100 m x 0,25 mm i.d., 0,20 µm de filme (CP-SIL 88, Chrompack); detector por ionização em chama (FID) e uma workstation com software Star. Condições cromatográficas: temperatura da coluna programada, temperatura inicial 120°C/5min, elevando-se para 235°C numa escala de 5°C/min, permanecendo nesta temperatura

por 15 minutos; gás de arraste, hidrogênio numa vazão de 1 mL/min; gás “make-up”, nitrogênio a 30 mL/min; temperatura do injetor, 270°C; temperatura do detector, 310°C; volume de injeção 1 µL. A identificação dos ácidos graxos foi realizada através da comparação do tempo de retenção dos ácidos graxos das amostras e padrões e co-cromatografia. A quantificação foi realizada por normalização de área e os resultados foram expressos em g/100g de amostra.

Resultados e Discussão

Os teores de umidade, lipídios totais e acidez total obtidos nas amostras de leite em pó analisadas no presente trabalho estão apresentados na Tabela 1.

Tabela 1. Teores de umidade (g/100g), lipídios totais (g/100g) e acidez total (mL de NaOH 0,1N/10g de SNG) em leite em pó integral, semidesnatado e desnatado de diferentes marcas.

Amostras	Umidade*	Lipídios Totais*	Acidez Total*
Leite Integral			
Marca A	4,1 ± 0,3 b	26,2 ± 0,7 bc	17,8 ± 0,9 a
Marca B	3,8 ± 0,3 bc	26,7 ± 1,1 bc	19,0 ± 0,9 a
Marca C	4,1 ± 0,6 b	26,1 ± 0,5 c	19,3 ± 1,0 a
Marca D	3,4 ± 0,2 cd	26,9 ± 0,7 ab	17,9 ± 0,4 a
Marca E	3,1 ± 0,2 d	27,5 ± 0,6 a	18,6 ± 0,5 a
Leite Semidesnatado			
Marca F	3,9 ± 0,4 b	14,9 ± 0,9 d	18,8 ± 0,9 a
Leite Desnatado			
Marca G	4,8 ± 0,6 a	1,6 ± 0,5 e	18,7 ± 0,5 a
Marca H	4,7 ± 0,3 a	1,1 ± 0,2 e	18,6 ± 0,8 a
Marca I	3,7 ± 0,4 bc	1,3 ± 0,3 e	17,8 ± 0,4 a

*Média e estimativa do desvio padrão de seis determinações em triplicata. Valores na mesma coluna com letras iguais não apresentaram diferença significativa ao nível de 5%.

Os teores de umidade variaram de 3,1 ± 0,2 g/100g no leite em pó integral (marca E) a 4,8 ± 0,6 g/100g no leite em pó desnatado (marca G). De acordo com o Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade de Leite em Pó (Portaria nº 146 de 07 de março de 1996 do Ministério da Agricultura e da Reforma Agrária) os limites de umidade estabelecidos são de no máximo 3,5 g/100g para o leite em pó integral e de 4,0 g/100g para os leites em pó semidesnatado e desnatado. Sendo assim, pode-se observar que somente as amostras de leite em pó integral das marcas E (3,1 g/100g) e D (3,4 g/100g) apresentaram teores de umidade de acordo com a Legislação.

Os teores de lipídios totais apresentaram variação de $1,1 \pm 0,2$ g/100g no leite desnatado (marca H) a $27,5 \pm 0,6$ g/100g no leite em pó integral (marca E). O referido Regulamento estabelece que os valores de lipídios totais para o leite em pó integral devem ser maiores ou iguais a 26 g/100g, para o leite em pó semidesnatado de 1,5 a 25,9 g/100g e para o leite em pó desnatado menor que 1,5 g/100g. Os teores de lipídios totais de todas as amostras de leite em pó estudadas estão de acordo com os limites estabelecidos pela Legislação vigente, exceto o leite desnatado da marca G.

A acidez total (mL de NaOH 0,1N/10g de SNG) variou de 17,8 nas amostras de leite em pó integral (marca A) e desnatado (marca I) a 19,3 no leite em pó integral (marca C). De acordo com o referido Regulamento, o qual limita no máximo 18 mL de NaOH 0,1N/10g de SNG para os três tipos de leite em pó estudados, apenas as marcas A (17,8), D (17,9) e I (17,8) estão de acordo.

A Tabela 2 relaciona os teores de ácidos graxos saturados, monoinsaturados, poliinsaturados, CLA e isômeros *trans*.

Tabela 2. Teores de ácidos graxos (g/100g) em leite em pó de diferentes marcas.

Amostras	Ácidos Graxos*				
Leite Integral	AGS	AGM	AGP	Total CLA	Total <i>trans</i>
Marca A	15,4 ± 0,5	6,7 ± 0,2	0,8 ± 0,1	0,2 ± 0,0	1,1 ± 0,1
Marca B	15,7 ± 0,7	6,7 ± 0,3	0,8 ± 0,1	0,2 ± 0,0	0,9 ± 0,1
Marca C	15,4 ± 0,6	7,1 ± 0,3	0,8 ± 0,1	0,2 ± 0,0	0,8 ± 0,1
Marca D	15,5 ± 0,4	7,0 ± 0,2	1,2 ± 0,1	0,3 ± 0,0	1,1 ± 0,1
Marca E	15,9 ± 0,6	7,3 ± 0,2	0,8 ± 0,0	0,3 ± 0,0	1,0 ± 0,1
Leite Semidesnatado					
Marca F	8,9 ± 0,4	3,8 ± 0,1	0,5 ± 0,0	0,1 ± 0,0	0,5 ± 0,1
Leite Desnatado					
Marca G	0,5 ± 0,1	0,3 ± 0,1	0,5 ± 0,2	nd	0,01 ± 0,01
Marca H	0,7 ± 0,1	0,3 ± 0,1	0,1 ± 0,0	0,01 ± 0,00	0,03 ± 0,01
Marca I	0,8 ± 0,2	0,4 ± 0,1	0,1 ± 0,0	0,01 ± 0,00	0,04 ± 0,01

*Média e estimativa do desvio padrão de seis determinações em triplicata. CLA = ácido linoléico conjugado; nd = não detectado, limite de detecção (0,01g/100g).

Os teores de ácidos graxos saturados, monoinsaturados e poliinsaturados (g/100g), obtidos no presente trabalho, variaram, respectivamente, de 0,5 a 15,9, de 0,3 a 7,3 e de 0,1 a 1,2. O CLA variou de não detectado em uma marca de leite desnatado a 0,3 g/100g no leite integral. Foram encontrados os isômeros *trans* dos ácidos graxos C18:1 ω 9 e C18:2 ω 6, com maiores concentrações para os isômeros *trans* do C18:1 ω 9. Os teores de isômeros *trans* totais variaram de 0,01 g/100g no leite em pó desnatado a 1,1 g/100g no leite em pó integral.

Conclusão

Três marcas de leite em pó integral e duas marcas de leite em pó desnatado apresentaram teores de umidade em desacordo com o Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade de Leite em Pó. Quanto aos teores de lipídios totais, as marcas de leite em pó integral e semidesnatado apresentaram-se em concordância com o referido Regulamento, enquanto que uma das marcas de leite em pó desnatado apresentou teor acima do permitido. Quanto aos teores de acidez total, somente três marcas estão de acordo com os padrões de identidade e qualidade vigentes. As composições em ácidos graxos apresentaram perfis característicos de gordura láctea.

Referencias Bibliográficas

- BRASIL. Ministério da Agricultura do Abastecimento e da Reforma Agrária. Gabinete do Ministro. Portaria Nº 146 de 07 de março de 1996.
- BRASIL. MINISTÉRIO DA SAÚDE. Secretaria de Vigilância Sanitária. Resolução RDC nº 360, de 23 dez. 2003. Dispõe sobre o Regulamento Técnico sobre Rotulagem Nutricional de Alimentos Embalados. Diário Oficial da União, 26 dez. 2003b. Seção 1:33-4.
- BRUTTEL, P., SCHLINK, R. Water determination by Karl Fischer titration. 2006. 80f. Monograph. Metrohm Ltd.
- COLLOMB, M.; BÜLHER, T. (2000). Analyse de la composition en acides gras de la graisse de lait. Mitteilungen aus Lebensmitteluntersuchung and Hygiene, 91, 306-332.
- GRUMMER, R. R. (1991). Effect of feed on the composition of milk. Journal of Dairy Science, 74, 3244-3256.
- HARTMAN, L.; LAGO, R. C. A. (1973). Rapid preparation of fatty acid methyl esters from lipids. London, Laboratory Practice, 22, 475-481.
- INTERNATIONAL DAIRY FEDERATION. International Standard FIL-IDF 9A: 1969 – Determination of the fat content of dried milk. Reference method.
- INTERNATIONAL DAIRY FEDERATION. International Standard FIL 86: 1981: dried milk - Determination of titratable acidity. Reference method 2f.
- IP, C.; SINGH, M.; THOMPSON, H. J. (1994). Conjugated linoleic acid suppresses mammary carcinogenesis and proliferative activity of the mammary gland in the rat. Cancer Research, 54, 1212-1215.
- OSTROWSKA, E.; MURALITHARAN, M.; CROSS, R. F., BAUMAN, D. F. & DUNSHEA, F. R. (1999). Dietary conjugated linoleic acid increase lean tissue and decrease fat deposition in growing pigs. Journal of Nutrition, 129: 2037-2042.
- PARODI, P. W. (1997). Cows' milk fat components as potential anticarcinogenic agent. Journal of Nutrition, 127: 1055-1060.