

Instituto Federal Catarinense  
Campus Concórdia  
Engenharia de Alimentos

**ERICKA VON BIVENICZKO PEZZIN**

**MARIA EDUARDA MOREIRA BIGATON**

**MARIA GIULIA STEFANELLO LANGONE**

**RELATÓRIO DE AULA PRÁTICA DE QUÍMICA ANALÍTICA II:  
DETERMINAÇÃO DE CÁLCIO EM AMOSTRA DE LEITE LÍQUIDO**

Concórdia - SC

2022

## SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO</b>	<b>3</b>
<b>1.1 Leite pasteurizado</b>	<b>3</b>
<b>1.2 Leite UHT ou longa vida</b>	<b>3</b>
<b>1.3 Leite em pó</b>	<b>3</b>
<b>2. OBJETIVOS</b>	<b>4</b>
<b>3. MATERIAIS E REAGENTES</b>	<b>4</b>
<b>4. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL</b>	<b>4</b>
<b>4.1 Solução tampão (NH<sub>3</sub>/NH<sub>4</sub>Cl) pH - 10</b>	<b>5</b>
<b>4.2 Solução Mg-EDTA</b>	<b>5</b>
<b>4.3 Determinação de cálcio em amostra de leite líquido</b>	<b>5</b>
<b>5. RESULTADOS E DISCUSSÕES</b>	<b>5</b>
<b>6. CONCLUSÃO</b>	<b>8</b>
<b>REFERÊNCIAS</b>	<b>9</b>

## **1. INTRODUÇÃO**

A alimentação é uma necessidade básica para a vida, exercendo grande influência sobre todos os indivíduos, tanto no que diz respeito à saúde como também ao desempenho das atividades diárias (MAHAN *et al.*, 2012).

Sendo assim, o leite e seus derivados se destacam por constituírem um grupo de alimentos de grande valor nutricional, uma vez que são fontes consideráveis de proteínas de alto valor biológico, além de conterem vitaminas e minerais (AMANCIO *et al.*, 2015).

O consumo habitual destes alimentos é recomendado, principalmente, para que se atinja a adequação diária de ingestão de cálcio, um nutriente que, dentre outras funções, é fundamental para a formação e a manutenção da estrutura óssea do organismo (AMANCIO, *apud*, MUNIZ *et al.*, 2013). Tal produto pode ser encontrado em diferentes formas que estão citadas abaixo.

### **1.1 Leite pasteurizado**

Neste tratamento, a temperatura e tempo são determinados para a destruição total dos microorganismos patogênicos e para a diminuição do número de microorganismos deteriorantes (SANDOVAL, 2021), onde pode ocorrer de duas formas, de maneira lenta (*low temperature holding* - LTH) ou de maneira rápida (*high temperature short time* – HTST), pode ser encontrado na versão integral, semidesnatado e desnatado.

Na pasteurização lenta (LTH), ocorre o aquecimento entre 62° a 65° C por 30 minutos, e na pasteurização rápida (HTST) o leite deve ser submetido ao aquecimento de uma temperatura entre 72°C a 75°C durante 15 a 20 segundos.

### **1.2 Leite UHT ou longa vida**

Chamado também de ultra-alta temperatura (UAT ou UHT), em que o tratamento térmico aplicado ao leite é entre 130°C e 150°C, pelo período de 2 a 4 segundos, mediante processo de fluxo contínuo (SANDOVAL, 2021), e assim como o leite pasteurizado, pode ser encontrado na versão integral, semidesnatado e desnatado.

Logo após, o mesmo é resfriado à temperatura inferior à 32°C e envasado sob condições assépticas em embalagens esterilizadas e hermeticamente fechadas, assim sendo encaminhadas aos mercados como os conhecemos.

### **1.3 Leite em pó**

Por fim o leite em pó, trata-se do de um derivado do leite, sendo obtido pela desidratação dele (que pode ser integral, semidesnatado ou desnatado), ou seja, trata-se do

leite submetido a tratamentos de concentração e secagem, com temperaturas de aproximadamente 72°C (MEDEIROS *et al.*, 2014).

## 1. OBJETIVOS

A realização da prática executada em aula, tem como objetivo a determinação de cálcio em amostras de leite líquido e em pó, além de avaliar a diferença da amostra do leite tradicional, do enriquecido com cálcio.

## 2. MATERIAIS E REAGENTES

### 3.1 Materiais

- Um Béquer de 100 mL;
- Uma Bureta de 25 mL;
- Três Erlenmeyers de 125 mL;
- Três Funis pequenos;
- Dois Pipetadores;
- Uma Pipeta graduada de 10 mL;
- Uma Pipeta volumétrica de 10 mL;
- Uma Pisseta.

### 3.2 Reagentes

- Amostra de leite líquido;
- Indicador Negro de eriocromo T;
- Solução de dissódico dihidratado de EDTA;
- Solução tampão ( $\text{NH}_3/\text{NH}_4\text{Cl}$ ) pH - 10;
- Solução Mg-EDTA.

## 3. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

### 4.1 Solução tampão ( $\text{NH}_3/\text{NH}_4\text{Cl}$ ) pH - 10

Para iniciar o procedimento da determinação de cálcio, tiveram-se que realizar a preparação de uma solução tampão previamente, sendo assim, para 100 mL, foi ser pesado 6,5 g de  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , dissolvido em água, para então adicionar 57 mL de solução de  $\text{NH}_3$  concentrado, diluídos para os 100 mL.

O armazenamento foi feito em um frasco de polietileno para evitar a pesagem de íons metálicos do vidro para a solução tampão.

#### **4.2 Solução Mg-EDTA**

O último passo, também antes de iniciar o procedimento principal da aula prática, foi pesado 37,22 g de EDTA e dissolvidos em 500 mL de água destilada. Após isso, adicionou-se 24,5 g de sulfato de magnésio hidratado ( $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ ), em agitação.

Então, após adicionar cerca de 3 a 4 gotas de fenolftaleína como indicador, deu-se início a titulação com hidróxido de sódio ( $NaOH$ ) 0,1M, e quando apresentou o ponto de viragem, em um tom rosa, foi completado o restante do béquer utilizado com água destilada até chegar em 1000 mL ou 1 L, posto em um balão volumétrico.

#### **4.3 Determinação de cálcio em amostra de leite líquido**

Iniciando de fato o experimento, primeiramente foi pipetado com o auxílio de uma pipeta volumétrica de 10 mL, uma alíquota de amostra de leite líquido para um erlenmeyer de 125 mL. No qual, foi adicionado, 1,0 mL de solução-tampão de amônia pH 10 ( $NH_3/NH_4Cl$ ), 10 gotas de solução de magnésio (Mg-EDTA) e 3 gotas ou uma pitada de negro de eriocromo – T.

Em seguida, realizou-se uma titulação com a solução padrão de EDTA 0,01 M, até a obtenção da alteração de cor da solução de vermelho-vinho para azul puro, bem claro e não puxado para o violeta no erlenmeyer. Esse procedimento foi feito em triplicata, obtendo no fim, o teor de cálcio na amostra de leite líquido, expressando o resultado em mg/100 mL.

### **4. RESULTADOS E DISCUSSÕES**

Com o leite adquirido no comércio local, e com as soluções preparadas previamente, deu-se início a titulação da primeira entre as três amostras. Nesta, foi pingado por engano, além do do indicador negro de eriocromo T, fenolftaleína, assim, em vez de uma tonalidade desejada azul, o ponto de equivalência tornou-se roxo, como mostrado na Figura 1.

No entanto, para as demais, apenas foi utilizado apenas negro de eriocromo T, indicador correto para tal prática. Dessa forma, resultados do volume de titulante utilizado, EDTA 0,01 M, foram anotados, podendo assim, serem demonstrados no Quadro 1 abaixo.

#### **Quadro 1 - Volume gasto de EDTA em três titulações**

AMOSTRA	VOLUME DE EDTA (mL)	COR ADQUIRIDA NA TITULAÇÃO
1	39,0	ROXO CLARO
2	32,5	AZUL CELESTE
3	33,0	AZUL CELESTE

Fonte: Autoras (2022)

**Figura 1 - Amostras depois da titulação**



Fonte: Autoras (2022)

Sabendo então a reação que ocorre ao executar esse processo, a média entre as titulações (34,83 mL) e utilizando a equação de diluição  $C1 \times V1 = C2 \times V2$ , pôde-se calcular a concentração em mol/L de cálcio da amostra, como demonstrado a seguir.

$C1$  - Concentração do EDTA (0,01 M)

$V1$  - Média de volume de EDTA gasto

$C2$  - Concentração de cálcio desejada

$V2$  - Volume da amostra (10 mL)

Portanto:

$$C1 \times V1 = C2 \times V2$$

$$0,01 \times 34,83 = C2 \times 10$$

$$C2 = 0,03483 \text{ mol/L}$$

Essa concentração encontrada é molar, no entanto, os resultados deveriam ser expressos em mg/100mL, por isso mesmo, foi necessário usar a equação da concentração em gramas por litro:

$$C [g/L] = M . MM$$

Em que:

*C* - concentração em g/L desejada

*M* - concentração em mol/L de cálcio já calculada (0,03483 mol/L)

*MM* - Massa molar do cálcio (40,078 g/gmol)

Portanto,

$$C [g/L] = M . MM$$

$$C [g/L] = 0,03483 . 40,078$$

$$C [g/L] = 1,396 g/L$$

Dando sequência, por conhecimento que 1000 mL equivale a 1 L, pôde-se calcular o valor da concentração para 100 mL.

$$1,396 \text{ g} \text{ — } 1000 \text{ mL}$$

$$x \text{ g} \text{ — } 100 \text{ ml}$$

Assim, em 100 mL de leite, possui 0,1396 g de cálcio. Como 1 g equivale a 1000 mg, utilizando o fator de conversão, pode-se afirmar que a amostra possui 139,6 mg/100mL de cálcio.

As demais pesquisas, tais como Calegari (2007), apresentam resultados os quais a quantidade de cálcio varia entre 1121,12 mg L<sup>-1</sup> a 1794,91 mg L<sup>-1</sup> e, valores médios de 1320,12 mg L<sup>-1</sup> para leite integral. Nesse cenário, pode-se dizer que o resultado encontrado condiz com as demais literaturas, enquadrando-se na média.

Além disso, vale mencionar que a partir da comparação dos dados informados na tabela nutricional do produto com a análise feita em laboratório, a quantidade de cálcio é maior que a informada na tabela nutricional. A informação fornecida no produto é de 209 mg/200 mL (aproximadamente 104,5 mg/100 mL), enquanto o valor analisado é de 139,6 mg/100 mL.

## **CONCLUSÃO**

A partir dos resultados da prática realizada, observou-se que a determinação de cálcio em leite a partir da volumetria por complexação é um método eficiente, além de ser uma forma mais dinâmica de ser realizada, trazendo bons resultados.

Vale ressaltar ainda, que os dados fornecidos na tabela nutricional do produto em comparação com a análise feita em laboratório, mostrou uma quantidade superior de cálcio em relação a informada na tabela nutricional do leite integral líquido, sendo a informação dada no produto de 209 mg/200 mL (aproximadamente 104,5 mg/100 mL), enquanto o valor analisado é de 139,6 mg/100 mL.

No entanto, por mais que o valor tenha sido maior, ainda está de acordo com o exigido pela legislação, além de condizer com os demais valores encontrados na literatura, enquadrando-se na média.

Por fim, fica claro que essa aula prática foi de suma importância, visto que pôde-se colocar os conhecimentos teóricos adquiridos em laboratório, lidando com adversidades que podem acontecer ao longo de um procedimento laboral, tendo sucesso ao fim da análise.

## REFERÊNCIAS

AMANCIO, Dra. Olga Maria Silverio *et al.* **A IMPORTÂNCIA DO CONSUMO DE LEITE NO ATUAL CENÁRIO NUTRICIONAL BRASILEIRO**. 2015. Disponível em: [http://sban.cloudpainel.com.br/source/SBAN\\_Importancia-do-consumo-de-leite.pdf](http://sban.cloudpainel.com.br/source/SBAN_Importancia-do-consumo-de-leite.pdf). Acesso em: 22 nov. 2022.

CALEGARI, R. *et al.* **DETERMINAÇÃO DE ÍONS CÁLCIO EM LEITE INTEGRAL, DESNATADO, SEMIDESNATADO E ENRIQUECIDO COM CÁLCIO**. [s.l: s.n.]. Disponível em: [https://www.upf.br/\\_uploads/Conteudo/simposio-sial-anais/2007/todos/25.pdf](https://www.upf.br/_uploads/Conteudo/simposio-sial-anais/2007/todos/25.pdf).

Mahan KL, Escott-Stump S, Reymond JL. Krause: alimentos, nutrição e dietoterapia. Tradução Cláudia Coana et al.

MEDEIROS, Katianne C. de *et al.* **Qualidade de leite em pó integral comercializados em Pombal - PB**. 2014. Disponível em: <https://oaji.net/articles/2015/2238-1445877266.pdf>. Acesso em: 29 nov. 2022

SANDOVAL, Vanessa Luiza *et al.* **QUALIDADE DO LEITE: SUA INFLUÊNCIA NO PROCESSAMENTO, REQUISITOS OBRIGATÓRIOS E SUA IMPORTÂNCIA PARA O PRODUTO FINAL**. 2021. Disponível em: <file:///C:/Users/User/Downloads/2387-Texto%20do%20Artigo-8631-1-10-20210420.pdf>. Acesso em: 29 nov. 2022.