

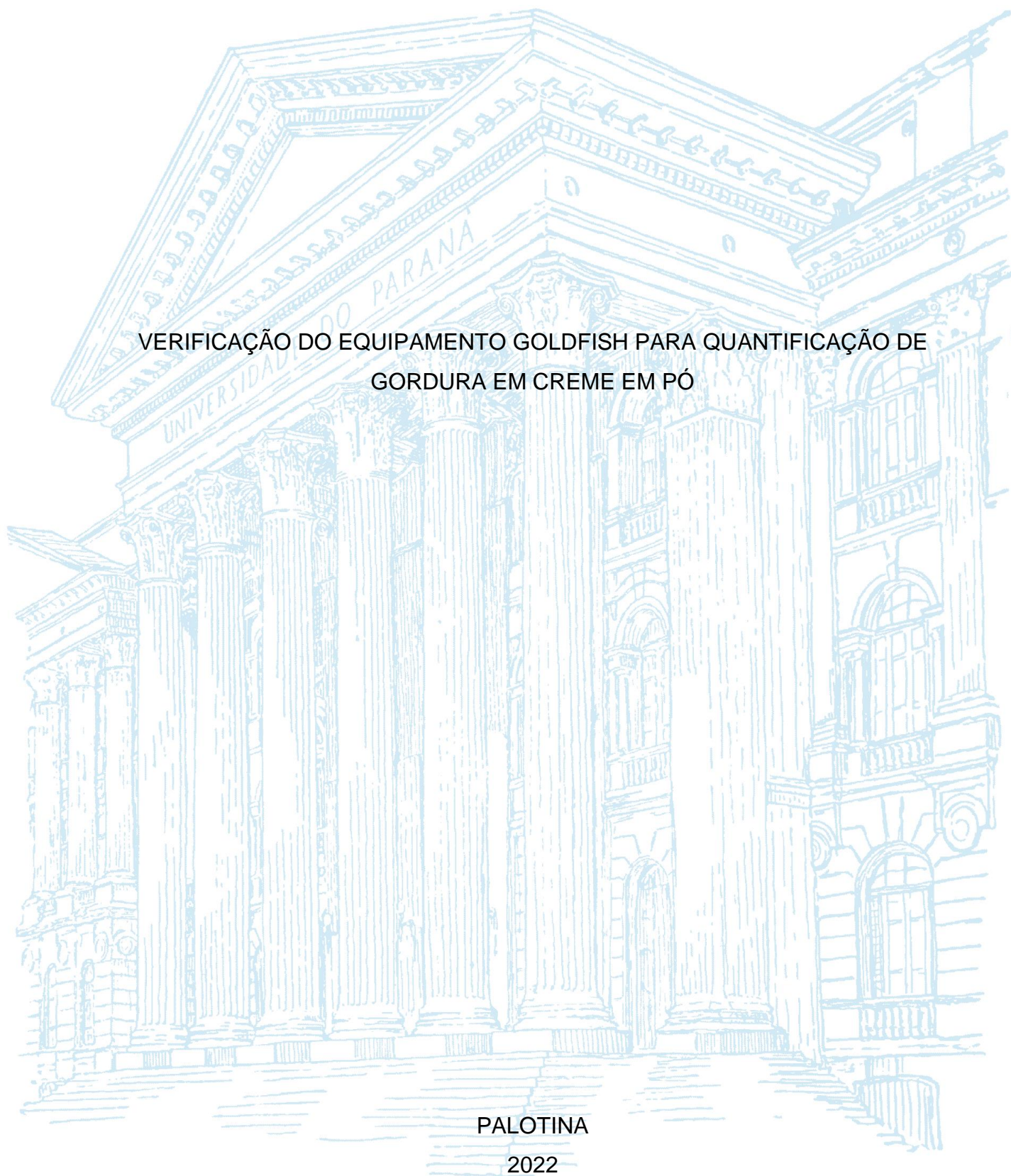
UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ

LUANA RADKE

VERIFICAÇÃO DO EQUIPAMENTO GOLDFISH PARA QUANTIFICAÇÃO DE
GORDURA EM CREME EM PÓ

PALOTINA

2022



LUANA RADKE

VERIFICAÇÃO DO EQUIPAMENTO GOLDFISH PARA QUANTIFICAÇÃO DE
GORDURA EM CREME EM PÓ

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao curso de Graduação em Engenharia de Bioprocessos e Biotecnologia, Setor de Palotina, Universidade Federal do Paraná, como requisito parcial à obtenção do título de Bacharel em Engenharia de Bioprocessos e Biotecnologia.

Orientadora: Profa. Dra. Raquel Ströher

Coorientador: Prof. Dr. Luis Fernando Souza Gomes

PALOTINA

2022



UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIAS E EXATAS
Rua Pioneiro, 2153, - - Bairro Jardim Dallas, Palotina/PR, CEP 85950-000
Telefone: 3360-5000 - <http://www.ufpr.br/>

ATA DE REUNIÃO

Aos dezessete dias do mês de fevereiro do ano de dois mil e vinte e três, às dezenove uma horas, na Sala virtual https://teams.microsoft.com/l/meetup-join/19%3aBv-S6ZfVhfFUM0gKZcndy25QRwztyw5eVXq1rAz_pt01%40thread.tacv2/1674763467917?context=%7b%22Tid%22%3a%22c37b37a3-e9e2-42f9-bc67-4b9b738e1df0%22%2c%22Oid%22%3a%228b64111a-b534-4e3f-91e5-db6e742b6a8f%22%7d da Plataforma Microsoft Teams, Universidade Federal do Paraná, Setor Palotina, realizou-se a Defesa Pública e Oral do Trabalho de Conclusão de Curso intitulado "Verificação do Equipamento GoldFish para Quantificação de Gordura em Creme em Pó" apresentado pela discente Luana Radke, orientada pela Profa. Dra. Raquel Stroher, como um dos requisitos obrigatórios para conclusão do curso de graduação em Engenharia de Bioprocessos e Biotecnologia. Iniciados os trabalhos, a orientadora e Presidente da Banca concedeu a palavra à discente, para exposição do seu trabalho. A seguir, foi concedida a palavra em ordem sucessiva aos membros da Banca de Exame, os quais passaram a arguir a discente. Ultimada a defesa, que se desenvolveu nos termos normativos, a Banca de Exame, em sessão secreta, passou aos trabalhos de julgamento, tendo atribuído à discente as seguintes notas: Profa. Dra. Dilcemara Cristina Zenatti, nota: 90 (noventa), Prof. Dr. Rodrigo Sequinel, nota: 90 (noventa), e Profa. Dra. Raquel Stroher, nota: 90 (noventa). A nota final da discente, após a média aritmética dos três membros da banca de exame, foi 90 (noventa). As considerações e sugestões feitas pela Banca de Exame deverão ser atendidas pela discente sob acompanhamento de sua orientadora. Nada mais havendo a tratar foi lavrada a presente ata, que, lida e aprovada, vai por todos assinada eletronicamente.



Documento assinado eletronicamente por **RAQUEL STROHER, PROFESSOR DO MAGISTERIO SUPERIOR**, em 17/02/2023, às 20:44, conforme art. 1º, III, "b", da Lei 11.419/2006.



Documento assinado eletronicamente por **DILCEMARA CRISTINA ZENATTI, PROFESSOR DO MAGISTERIO SUPERIOR**, em 17/02/2023, às 20:46, conforme art. 1º, III, "b", da Lei 11.419/2006.



Documento assinado eletronicamente por **RODRIGO SEQUINEL, PROFESSOR DO MAGISTERIO SUPERIOR**, em 22/02/2023, às 22:45, conforme art. 1º, III, "b", da Lei 11.419/2006.



A autenticidade do documento pode ser conferida [aqui](#) informando o código verificador **5304507** e o código CRC **7CE8C613**.

AGRADECIMENTOS

Começo agradecendo à Deus pela vida e por ter me guiado e abençoado em toda a caminhada durante a graduação.

À minha família que sempre me incentivou e especialmente aos meus pais que sempre me incentivaram a alcançar meus objetivos e pelas orações, carinho e apoio.

Ao meu namorado pela paciência, compreensão, companheirismo, amizade, mas sobre tudo pela força e motivação ao longo de todos estes anos.

A minha amiga que esteve sempre do meu lado me apoiando, incentivando e principalmente me ajudando durante a graduação e no TCC.

À Universidade Federal do Paraná e a todos os professores que de alguma forma contribuíram para a minha formação acadêmica.

Agradeço de forma especial à minha professora orientadora Dr. Raquel Ströher pela dedicação e ajuda nas orientações para a conclusão deste trabalho e nos ensinamentos durante toda a graduação.

Ao professor coorientador Dr. Luis Fernando de Souza Gomes por compartilhar seus conhecimentos e principalmente sanar minhas dúvidas durante o experimento do TCC.

Agradeço também a toda equipe do laboratório Físico-Químico e Controle de Qualidade da empresa Alibra Ingredientes S.A. pela disponibilidade, paciência e apoio a mim prestadas. Obrigada pelo aprendizado e pela dedicação por sanar todas as minhas dúvidas através dos ensinamentos repassados.

*A vida me ensinou a nunca desistir
Nem ganhar nem perder mas procurar a evoluir.*

Charlie Brown Jr

RESUMO

A produção nas indústrias vem sendo atrelada à necessidade do cliente, ou seja, busca-se atender as demandas exigidas satisfazendo e garantindo a qualidade de seus produtos. Nesse sentido, o controle de qualidade está presente em todas as etapas do processo produtivo de uma indústria, e tem fundamental importância para que se atinjam os padrões de qualidade dos produtos, para que sejam atendidas todas as legislações, para que se tenham rendimentos e/ou produtividades ótimas do processo, entre outros. Nas indústrias de alimentos, as análises laboratoriais realizadas pelo setor de controle da qualidade são de extrema importância para garantir a segurança alimentar e nutricional dos alimentos. Desta forma, a gestão da qualidade das indústrias deste ramo deve certificar, por meio de procedimentos e análises adequadas, se o produto está de acordo com as exigências estabelecidas pelo cliente e pela legislação vigente. Neste sentido, o presente trabalho busca realizar a verificação da quantificação da gordura do creme em pó a partir do uso do equipamento GoldFish, seguindo os métodos analíticos de extrato etéreo hidrólise ácida – método direto e para posteriormente ser comparado ao método Soxhlet. A quimiometria utilizada para a obtenção da análise dos resultados foi o programa Software Statistic 8.0 (STATSOFT Inc.) com o teste de Tukey ao nível de significância de 5% ($p < 0,05$) e análise de variância (ANOVA), correspondendo a médias das repetições \pm desvio padrão. Com os resultados apresentados foi possível confirmar, que a teoria dos produtos lácteos e seus derivados necessitam da hidrólise ácida para se obter a real porcentagem de gordura presente na amostra, ou seja, uma fração dessa gordura pode estar ligada a proteínas ou carboidratos. Desta maneira conclui-se que o equipamento GoldFish está aprovado para este produto em específico (creme em pó).

Palavras-chaves: Equipamento GoldFish 1. Gordura 2. Hexano 3. Éter de Petróleo 4. Hidrólise Ácida 5.

ABSTRACT

The production in industries has been linked to the customer's needs, that is, it seeks to meet the demands required by satisfying and guaranteeing the quality of its products. In this sense, quality control is present in all stages of an industry's production process, and is of fundamental importance for product quality standards to be achieved, for all legislation to be met, for yields to be obtained and/or optimal productivities of the process, among others. In the food industries, laboratory analyzes carried out by the quality control sector are extremely important to ensure food and nutritional safety. In this way, the quality management of industries in this field must certify, through appropriate procedures and analysis, whether the product complies with the requirements established by the customer and the current legislation. In this sense, the present work seeks to carry out the verification of the quantification of the fat in the powdered cream using the GoldFish equipment, following the analytical methods of ether extract acid hydrolysis - direct method and to be later compared to the Soxhlet method. The chemometrics used to obtain the analysis of the results was the Software Statistic 8.0 program (STATSOFT Inc.) with the Tukey test at a significance level of 5% ($p < 0.05$) and analysis of variance (ANOVA), corresponding to repetition means \pm standard deviation. With the results presented, it was possible to confirm that the theory of dairy products and their derivatives require acid hydrolysis to obtain the actual percentage of fat present in the sample, that is, a fraction of this fat may be linked to proteins or carbohydrates. In this way, it is concluded that the GoldFish equipment is approved for this specific product (powder cream).

Keywords: GoldFish equipment 1. Fat 2. Hexane 3. Petroleum Ether 4. Acid Hydrolysis 5.

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1 - APARELHO DIGESTOR.....	25
FIGURA 2 - AMOSTRA COLETADA PARA LABORATÓRIO FÍSICO-QUÍMICO	26
FIGURA 3 - AMOSTRA DO PRODUTO.....	27
FIGURA 4 – INÍCIO DA HIDRÓLISE ÁCIDA.....	28
FIGURA 5 – FIM DA HIDRÓLISE ÁCIDA.....	28
FIGURA 6 – ETAPA DE FILTRAÇÃO.....	29
FIGURA 7 – TESTE DO FILTRADO.	29
FIGURA 8 – FIM DA FILTRAÇÃO.....	30
FIGURA 9 – PAPEL FILTRO APÓS SECAGEM EM ESTUFA.	30
FIGURA 10 – ETAPA DE EXTRAÇÃO DE GORDURA.	31
FIGURA 11 – EQUIPAMENTO GOLDFISH.	31
FIGURA 12 – ETAPA DE LAVAGEM.	32
FIGURA 13 – ETAPA DE RECUPERAÇÃO DO SOLVENTE.	32
FIGURA 14 – REMOÇÃO DO COPO <i>REBOILER</i>	33
FIGURA 15 – FIM DA EXTRAÇÃO.	33
FIGURA 16 – APÓS SECAGEM EM ESTUFA.....	34
FIGURA 17 – FIM DA ANÁLISE.....	34

LISTA DE TABELAS

TABELA 1 - MATERIAIS PARA MÉTODO DE HIDRÓLISE ÁCIDA.....	25
TABELA 2 - MATERIAIS PARA MÉTODO SOXHLET (GOLDFISH)	26
TABELA 3 - % DE GORDURA EXTRAÍDA DAS AMOSTRAS DE CREME EM PÓ DE DIFERENTES LOTES PELO MÉTODO DE GOLDFISH COM HEXANO.....	36
TABELA 4 - % DE GORDURA EXTRAÍDA DAS AMOSTRAS DE CREME EM PÓ PELO MÉTODO DE SOXHLET.	36
TABELA 5 - % DE GORDURA EXTRAÍDA DAS AMOSTRAS DE CREME EM PÓ PELO MÉTODO DE GOLDFISH.....	37
TABELA 6 - RESULTADOS DO PERCENTUAL DE GORDURA PARA O CREME EM PÓ DE ACORDO COM AS METODOLOGIAS AVALIADAS.	38
TABELA 7 - DIFERENÇA SIGNIFICATIVA ENTRE OS MÉTODOS AVALIADOS. ..	38

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	16
1.1 JUSTIFICATIVA	17
1.2 OBJETIVOS	17
1.2.1 Objetivo geral	17
1.2.2 Objetivos específicos.....	17
2 REVISÃO DE LITERATURA	19
2.1 PRODUTO	19
2.2 SOLVENTES.....	19
2.2.1 Hexano	19
2.2.2 Éter de Petróleo.....	19
2.3 MÉTODOS ANALÍTICOS PARA DETERMINAÇÃO DE GORDURA	20
2.3.1 Método Bligh & Dyer (Extração com Solvente a Frio)	20
2.3.2 Método Rosë-Gottlieb e Mojonnier (Hidrólise Alcalina)	21
2.3.3 Método de Gerber (Hidrólise Ácida)	21
2.3.4 Método Soxhlet (Extração com Solvente a Quente).....	22
2.3.5 Método de GoldFish (Extração com Solvente a Quente)	23
2.4 SOXHLET X GOLDFISH.....	24
3 MATERIAL E MÉTODOS	25
3.1 MATERIAIS	25
3.1.1 Extrato Etéreo - Hidrólise Ácida (Método Direto).....	25
3.1.2 Extrato Etéreo – Método Soxhlet (GoldFish)	26
3.2 AMOSTRA.....	26
3.3 MÉTODO.....	27
3.3.1 Extrato Etéreo - Hidrólise Ácida (Método Direto).....	27
3.3.2 Extrato Etéreo – Método Soxhlet (GoldFish)	30
3.4 ANÁLISE ESTATÍSTICA	34
4 APRESENTAÇÃO DOS RESULTADOS	36
5 CONSIDERAÇÕES FINAIS	40
5.1 RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	40
REFERÊNCIAS	41

1 INTRODUÇÃO

No Brasil a questão da segurança alimentar vem sendo estudada e trabalhada lado a lado com a sustentabilidade, buscando atender os padrões de qualidade à longo prazo (PREISS et al., 2020).

Qualidade e consumo de alimentos estão relacionados desde o processamento do alimento onde são estabelecidos os padrões de qualidade até a dieta alimentar, ou seja, a segurança nutricional integra o conceito de segurança alimentar. Assim, isso afetará todas as pessoas que consumam alimentos seguros e que atendam suas necessidades nutricionais (BRASIL, 1996).

Nesse sentido, a área da análise de alimentos é de fundamental importância e pode ser considerada uma área estratégica no ramo do controle da qualidade tanto no processamento quanto no armazenamento de alimentos, onde visa conhecer técnicas e métodos aprimorados na determinação de gorduras, proteínas, umidades entre outros. Dentro da química analítica aplicada possui uma função crítica, chamada de perito da qualidade e segurança dos alimentos (ROCHA, 2013).

Dos componentes presentes em um alimento, a análise de gordura como os métodos de extração por solvente, segundo Brum et al. (2009), demandam uma atenção na etapa da extração da fração de gordura, pois alguns fatores como co-extração e componentes não-lipídicos e a oxidação, podem interferir no resultado final.

A quantificação de gordura em alimentos é referência para resultados nutricionais e de processamento. Na rotina das análises os métodos para quantificação da gordura consistem na extração por meio de solventes orgânicos adequados seguindo da eliminação do solvente e determinação gravimétrica da quantidade de gordura existente. A extração total da gordura muitas vezes se torna uma etapa difícil em produtos de alta concentração de proteínas e carboidratos (ROCHA, 2013).

No processamento de alimentos, na indústria de laticínios, um dos produtos obtidos é o creme em pó (creme de leite), definido como emulsão de gordura em água, cuja composição é parecida com a do leite com exceção do alto teor de gordura, definindo-se como um produto lácteo rico em gordura (FLAUZINO, 2007).

O objetivo deste trabalho foi aplicar um produto derivado lácteo no equipamento GoldFish para extração da gordura, utilizando dois solventes diferentes

sendo hexano e o éter de petróleo, quantificando gravimetricamente o resíduo retido em porcentagem (g/kg).

1.1 JUSTIFICATIVA

O mercado está em busca constante de novas soluções de ingredientes específicos e mais aprimorados com menor custo, e tendo em vista essa necessidade, a empresa de ingredientes alimentares onde o presente trabalho foi realizado desenvolveu o creme em pó a partir da demanda de um cliente.

Entende-se como creme de leite o produto lácteo relativamente rico em gordura retirada do leite por procedimento tecnologicamente adequados, que apresenta a forma de uma emulsão de gordura em água. (BRASIL, 2022).

Entretanto, quando busca-se quantificar a porcentagem de gordura de compostos lácteos é necessário pesquisar o melhor método de análise, para que se possam obter resultados confiáveis.

A extração de lipídios é uma determinação importante em estudos bioquímicos, fisiológicos e nutricionais dos mais diversos tipos de alimentos e, portanto, deve ser realizada com acurácia. Algumas amostras requerem cuidados especiais para a obtenção da fração lipídica, pois fatores como co-extração dos componentes não-lipídicos e a oxidação indesejada podem influenciar a qualidade final da fração lipídica. (BRUM, 2009).

Portanto, a avaliação quantitativa da porcentagem de gordura do creme em pó pode ser feita através da extração à quente com solvente utilizando o equipamento GoldFish, onde o processo de extração é contínuo e mais rápido.

1.2 OBJETIVOS

1.2.1 Objetivo geral

O objetivo do presente trabalho foi realizar a verificação da quantificação da gordura do creme em pó utilizando o equipamento GoldFish, seguindo os métodos analíticos de extrato etéreo hidrólise ácida – método direto.

1.2.2 Objetivos específicos

Os objetivos específicos do presente trabalho foram:

- Determinação do melhor procedimento de utilização do equipamento GoldFish para o creme em pó;
- Analisar dois solventes diferentes para extração de gordura e ponderar as diferenças entre si;
- Avaliar a necessidade da hidrólise ácida no preparo da amostra para extração da gordura;
- Confrontar metodologias para extração de gordura para o creme em pó;
- Aplicar uma quimiometria nos resultados obtidos para alcançar um grau de confiabilidade.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 PRODUTO

Segundo a especificação do produto (FT PD 0145), é chamado OILA CREAM CL7307 – Creme de leite em pó, produzido através da secagem de creme de leite cru e outros derivados lácteos, pelo equipamento *spray-dryer*. Este produto foi elaborado para substituir a manteiga e o creme de leite fresco nas indústrias de alimentos, propiciando uma melhor textura, aparência, sabor e cremosidade, além disso contém uma validade maior que o produto líquido.

2.2 SOLVENTES

2.2.1 Hexano

O solvente orgânico hexano (C_6H_{14}) é classificado na família dos hidrocarbonetos alcanos, utilizado em dois estados líquido e gasoso. Quando está no estado gasoso é chamado n-Hexano sendo mais perigoso devido à dificuldade de controlar sua dispersão no ambiente (CLINIMED, 2020).

Segundo a ficha de informações de segurança de produtos químicos (LABSYNTH, 2022), sua propriedade físico-química tem aspecto líquido e incolor, é apolar, ponto de ebulição 68 °C, limite inferior/superior de explosividade 1,2 – 6,9%, densidade 0,660 g/cm³ e solúvel em etanol e clorofórmio.

A exposição ao hexano em concentrações toleráveis pode causar náuseas, tonturas, dores de cabeça e irritações na pele. Concentrações nocivas podem levar a morte e em casos de risco a longo prazo pode causar doenças cardiovasculares, respiratórias e desordens no sangue (CLINIMED, 2020).

2.2.2 Éter de Petróleo

Conforme a ficha de informações de segurança de produtos químicos (EMBRAPA, 2001), éter de petróleo é um líquido obtido na destilação do petróleo entre 35-90 °C, uma mistura de hidrocarbonetos alifáticos variando conforme sua fabricação podendo conter hidrocarbonetos aromáticos.

Quanto às propriedades físico-químicas tem-se o ponto de ebulição 35 a 60 °C, densidade 0,63 a 0,87 g/cm³ e limite de explosividade 1 a 6%. É um líquido incolor volátil e com odor semelhante a gasolina (EMBRAPA, 2001).

2.3 MÉTODOS ANALÍTICOS PARA DETERMINAÇÃO DE GORDURA

Em alimentos, a escolha do método de análise mais adequado é um passo importante onde geralmente a amostra é muito complexa, em que elementos possam estar interferindo entre si. Diante disso um método escolhido pode ser adequado para um alimento e para outro pode não apresentar resultados bons. A seguir, estão descritos alguns métodos de análises utilizados na determinação da quantificação da gordura em creme e derivados do leite (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008).

2.3.1 Método Bligh & Dyer (Extração com Solvente a Frio)

Esse método tem como princípio utilizar uma mistura a frio com três solventes: clorofórmio, metanol e água, e tem como característica avaliar o nível de peroxidação e perfil de ácidos graxos (GALERIANI, 2020).

Segundo Antonio et al. (2006) para realizar este método, é colocada a amostra juntamente com o metanol e clorofórmio (proporção que forma uma fase só com a amostra), em seguida acrescenta-se mais clorofórmio e água, proporcionando duas fases, uma com clorofórmio contendo gordura e outra metanol mais água. A fase do clorofórmio é separada, e após sua evaporação obtém-se apenas a quantidade de gordura.

A extração a frio mostra vantagens sob as classes de lipídios sem aquecimento e sem a necessidade de equipamentos sofisticados, pois o extrato adquirido pode ser usado em outras análises como índice de peróxidos. Mas sua desvantagem é por manipular solventes de alto grau de toxicidade (RIBEIRO et al., 2012).

O método de Bligh & Dyer pode ser usado para alimentos secos ou para produtos com altos teores de água (como peixes e vegetais verdes). Devido ao uso de solventes polares, há extração de todas as classes de lipídios.

2.3.2 Método Rosë-Gottlieb e Mojonnier (Hidrólise Alcalina)

Em alimentos que sofreram algum tipo de processamento, em especial composto lácteos, a gordura pode estar aderida a proteínas e carboidratos, e por isso na maioria das vezes uma hidrólise básica é necessária para melhor avaliação (SINDIRAÇÕES, 2013).

O método oficial de Mojonnier é aceito pela Official Methods of Analysis (AOAC) e por American Public Health Association (APHA).

Segundo Gallina et al. (2009), este método de extração por solvente utiliza hidróxido de amônia com o objetivo de solubilizar a caseína, neutralizar a acidez e diminuir a viscosidade. Utiliza o álcool etílico para romper a emulsão de gordura-caseína, e a junção de éter etílico mais éter de petróleo para extrair a gordura. Desta maneira, a gordura extraída é determinada gravimetricamente.

Este método é aplicado à gordura do leite, promovendo uma hidrólise alcalina. Portanto, hidróxido de amônia e álcool tem a função de quebrar a ligação proteína-gordura, já o álcool tem a função de precipitar a proteína que foi dissolvida na amônia, assim a gordura pode ser extraída. É utilizado o frasco Mojonnier neste procedimento, e o extrato é secado e pesado (ANTONIO, 2006).

2.3.3 Método de Gerber (Hidrólise Ácida)

Os lipídios fazem parte de uma variedade de compostos que envolvem as gorduras, óleos e as ceras, além de compor o colesterol, fosfolipídios e as lipoproteínas. Existe produtos que passam por processos em que uma determinada fração desses lipídios é capaz de estar envolvida com proteínas e carboidratos. Sendo assim recomenda-se uma hidrólise ácida para liberar esses lipídios, facilitando sua avaliação (SINDIRAÇÕES, 2013).

O processo de Gerber é aplicado apenas para leite e seus derivados. A gordura que se encontra no leite tem aspecto de emulsão de óleo e água, e é envolvida por proteínas. Esta “escolta” é quebrada com ácido sulfúrico, e conforme Brasil (2006) tem a função de digerir as proteínas ligadas a gordura, proporcionando menor viscosidade do meio, gerando um aumento na densidade do meio aquoso e unindo a gordura. O álcool isoamílico tem a função de promover a separação da gordura e conter a ação de carbonização do ácido sulfúrico sobre ela. Em seguida

ocorre a digestão e a amostra é centrifugada em um butirômetro, onde a medição é feita por meio da escala graduada (ANTONIO, 2006).

2.3.4 Método Soxhlet (Extração com Solvente a Quente)

Segundo Sindirações (2013), este método é apropriado a produtos e subprodutos de origem animal ou vegetal, rações e concentrados, uma vez que não foram submetidos a processo de extrusão. O método não é adequado para produtos derivados ao leite e glúten de milho.

Essa técnica é embasada por três passos, sendo: a) ocorre a extração da gordura da amostra com o solvente orgânico; b) ocorre a evaporação do solvente; c) é realizada a pesagem para quantificação da gordura (ANTONIO, 2006).

Neste método a extração é realizada por várias lavagens com o solvente orgânico, onde o solvente fica, por efeito de refluxo, em uma vidraria própria do equipamento e o processo é intermitente. Ao final da evaporação, o solvente carrega apenas o resíduo que condiz ao teor de gordura da amostra (SINDIRAÇÕES, 2013).

Conforme Sindirações (2013), a porcentagem de gordura é calculada pela Equação 1:

$$\text{Extrato Etéreo} \left(\frac{g}{kg} \right) = \frac{A - B}{m} \times 1000 \quad (1)$$

em que:

A, massa do balão + resíduo;

B, massa do balão vazio;

m, massa da amostra inicial;

1000, conversão entre unidades de massa (g e kg).

De acordo com Galeriani (2020), a escolha do solvente utilizado depende da composição do material, uma vez que o solvente se torna eficaz nas amostras secas facilitando sua penetrabilidade. Já em alimentos processados, deve ser preparada a amostra com a técnica da hidrólise ácida ou básica, para que ocorra a extração da gordura, e por fim deve ocorrer o controle da temperatura e o ajuste do tempo de contato da amostra com o solvente.

As vantagens relevantes deste método são: polaridade (natureza do solvente), eficiência de extração (a natureza do material), tempo de extração, temperatura, umidade, toxicidade e custo. Quanto ao tipo de solvente, éter de petróleo é o mais utilizado por apresentar baixo ponto de ebulição e alta capacidade de extrair compostos orgânicos (GALERIANI, 2020).

2.3.5 Método de GoldFish (Extração com Solvente a Quente)

Esse método GoldFish é muito utilizado no setor de alimentação animal, onde o interesse é saber a quantidade exata de gordura para ser dosado na ração e farelos para cada tipo de animal (TECNAL, 2022).

Neste método é utilizado também o refluxo de solvente para extração, no entanto é contínuo e mais rápido, sendo usado apenas para amostras sólidas. Entretanto, alguns detalhes devem ser observados para que erros como os falsos resultados sejam evitados (LINK, 2020): a quantidade de amostra usada deve ser alterada conforme a concentração de gordura prevista para a mesma, sendo assim é muito importante conhecer previamente o produto utilizado; deve-se tomar o cuidado para não utilizar solventes adulterados, e ainda, submeter as amostras que passaram por processo de aquecimento com pressurização durante o processo de hidrólise ácida (TECNAL, 2022).

Este método passa por três etapas:

- extração: emprega-se uma temperatura de 20 °C acima da ebulição do solvente para extração da gordura;
- lavagem: a amostra é suspensa e a temperatura de 60 °C acima do ponto de ebulição do solvente, facilitando a condensação e lavagem da amostra;
- recuperação: é utilizada a mesma temperatura da etapa anterior e o solvente é recuperado para posterior utilização (TECNAL, 2022).

O equipamento é fabricado pela Tecnal Equipamentos Científicos, e segundo a instrução de trabalho do GoldFish devem ser pesadas aproximadamente 2g da amostra (na Equação 2 correspondentes a M_a) em um cartucho de papel filtro qualitativo. Deve-se ligar o equipamento a 20 °C acima do ponto de ebulição do solvente, e pesar os copos *reboilers* (anota-se a massa que é denominada M_t). No cesto colocam-se os cartuchos com a amostra e no copo *reboiler*, adiciona-se 100 mL do solvente, após, o condensador é conectado ao copo, e até que a amostra

inicie a fervura deve-se aguardar. O tempo de extração com a amostra mergulhada varia de 1 hora a 90 minutos dependendo da amostra. Em seguida levanta-se o cesto e ajusta-se a temperatura a 60 °C (acima do ponto de ebulição) permanecendo uma lavagem por gotejamento do solvente na amostra por 40 minutos. Após este tempo fecha-se a válvula da saída do solvente para ocorrer a recuperação do mesmo. E por fim, os copos são levados até a estufa por 105 °C por 1 hora, transfere-se para o dessecador e aguarda-se 30 minutos para proceder a pesagem (massa denominada na Equação 2 de $Ma+t$) (TECNAL, 2022).

O cálculo do teor de gordura é dado pela Equação 2:

$$\text{Teor de gordura} \left(\% \frac{m}{m} \right) = ((Ma + t) - (Mt)) \times 100 / Ma \quad (2)$$

2.4 SOXHLET X GOLDFISH

GoldFish e Soxhlet são considerados equipamentos que utilizam métodos gravimétricos através da perda de peso do material seco expostos a extração fazendo uso de solventes orgânicos. A decisão de qual solvente é melhor, vai decorrer dos componentes da gordura pertencentes na amostra, ou seja, as gorduras são ligadas a proteína e carboidratos, e a extração direta com solventes não polares é nulo, sendo assim necessário a hidrólise ácida (TECNAL, 2022). Em geral os solventes mais utilizados são o éter de petróleo e o hexano.

No GoldFish utiliza-se o refluxo do solvente a quente para extração intermitente, este processo é considerado contínuo e mais rápido, pois utiliza pequena quantidade de solvente, no entanto pode ser usado apenas amostras sólidas e uma das desvantagens é o contato à alta temperatura da amostra com o solvente, desta forma degradando a gordura (LINK, 2020).

Soxhlet tem como princípio usar um aparato para a extração de gordura durante contínua passagem de um solvente pela amostra. Suas características: uso do refluxo do solvente, utilizado apenas para amostras sólidas, a amostra não fica em contato direto com o solvente e a quantidade de solvente deve ser suficiente para atingir o sifão, ou seja, grande quantidade (TECNAL, 2022). Existem algumas diferenças entre ambas, porém são compatíveis e seguem as metodologias de validação previstos pela AOAC (2016), para análises de alimentos, bebidas e concentrados (TECNAL, 2022).

3 MATERIAL E MÉTODOS

3.1 MATERIAIS

3.1.1 Extrato Etéreo - Hidrólise Ácida (Método Direto)

Os materiais utilizados para determinação do extrato etéreo pelo Método de Direto estão dispostos na TABELA 2.

TABELA 1 - MATERIAIS PARA MÉTODO DE HIDRÓLISE ÁCIDA

Reagentes	Vidrarias	Equipamentos
Terra Diatomácea	<i>Erlenmeyer</i> 250 mL	Balança semi-análitica
Nitrato de Prata 0,1 mol/L	Vidro Relógio	Chapa aquecedora
Solução de Ácido Clorídrico 40%	Funil de Vidro	Estufa sem recirculação 105 °C
	Proveta 50 mL	
	Placa de Petri	
	Dessecador	
	Papel Manteiga	
	Papel Filtro Qualitativo	

Fonte: O autor (2022).

Entretanto foi adaptado um esquema para substituir o aparelho digestor com condensador de bolas, ou seja, utilizou-se uma chapa aquecedora, um erlenmeyer de 250 mL e um vidro relógio acoplado sobre o mesmo com água. A terra diatomácea tem a função de absorver a gordura e manter a mesma no papel filtro e o nitrato de prata 0,1 mol/L apenas para observar se a presença de precipitado esbranquiçado no filtrado, ou seja, presença de ácido clorídrico na amostra.

FIGURA 1 - APARELHO DIGESTOR



Fonte: O autor (2022).

3.1.2 Extrato Etéreo – Método Soxhlet (GoldFish)

Os materiais utilizados para determinação do extrato etéreo pelo Método de Soxhlet (GoldFish) estão dispostos na TABELA 2.

TABELA 2 - MATERIAIS PARA MÉTODO SOXHLET (GOLDFISH)

Reagentes	Vidrarias	Equipamentos
Hexano P.A.	Copos <i>Reboilers</i>	Balança semi-analítica
Éter de Petróleo P.A.	Proveta 100 mL	GoldFish
	Cartuchos de Celulose	Estufa sem recirculação 105 °C
	Papel Filtro Qualitativo	
	Dessecador	

Fonte: O autor (2022).

3.2 AMOSTRA

Na indústria as amostras são coletadas pelos operadores de hora em hora para acompanhamento da umidade, densidade e partículas queimadas do produto. Destas amostras é formado um pool de aproximadamente 250 gramas e encaminhado ao laboratório.

FIGURA 2 - AMOSTRA COLETADA PARA LABORATÓRIO FÍSICO-QUÍMICO



Fonte: O autor (2022).

A especificação do produto como as características são de um pó branco a amarelo, uniforme sem grumos, sabor e odor lácteos e agradáveis e uma boa dissolução.

FIGURA 3 - AMOSTRA DO PRODUTO



Fonte: O autor (2022).

Foram utilizadas amostras de creme em pó para realização dos testes, inicialmente foi utilizada a mesma amostra para se comparar os resultados e verificar qual método melhor se aplicaria. Logo após, utilizou mais dois lotes diferentes do produto para obter dados e confiabilidade nos resultados.

Nas mesmas amostras foram aplicados os métodos de espectroscopia de infravermelho (NIRS) obtendo análise de gordura, proteína, umidade e lactose, butirômetro análise de gordura e enviado ao laboratório externo (método utilizado é o Mojonnier, chamado também Rosë-Gottlieb para análise de gordura).

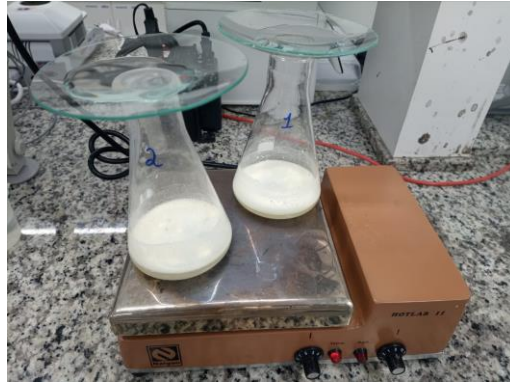
3.3 MÉTODO

3.3.1 Extrato Etéreo - Hidrólise Ácida (Método Direto)

Seguindo os métodos analíticos do Sindirações (2013), a determinação do extrato etéreo por hidrólise ácida (método direto) é apropriada a produtos e subprodutos extrusados, lácteos e outros que demandem da hidrólise ácida.

Pesou-se 3 gramas da amostra sobre papel manteiga, que foram transferidos para o *erlenmeyer* de 250 mL, conforme FIGURA 4. Com auxílio de uma proveta adicionou-se 50 mL da solução de ácido clorídrico 40% (V/V) agitando lentamente para solubilização.

FIGURA 4 – INÍCIO DA HIDRÓLISE ÁCIDA.



Fonte: O autor (2022).

Para o sistema de condensação e refluxo para digestão foi utilizado uma chapa aquecedora e um vidro relógio com água, ou seja, foi colocado o *erlenmeyer* na chapa aquecedora em temperatura branda com o vidro relógio sobre o mesmo com água, e após entrar em ebulição permaneceu por 45 minutos, conforme FIGURA 5.

FIGURA 5 – FIM DA HIDRÓLISE ÁCIDA.



Fonte: O autor (2022).

Finalizado o tempo de digestão, lavou-se o vidro relógio com pequenas porções de água à 80 °C, após adicionou-se 0,2 gramas de terra diatomácea misturando lentamente.

Em um funil de vidro com papel de filtro qualitativo previamente umedecido com água, filtrou-se a amostra e o *erlenmeyer* foi sendo lavado com pequenas porções da água evitando qualquer perda (FIGURA 6).

OBS: Todas as etapas anteriores foram realizadas dentro da capela de exaustão.

FIGURA 6 – ETAPA DE FILTRAÇÃO.



Fonte: O autor (2022).

Logo após, o resíduo que ficou no papel filtro foi lavado com água à 80 °C (aproximadamente 600 mL) até que o filtrado ficasse límpido, conforme FIGURA 7. Seguidamente foi realizado o teste com o nitrato de prata 0,1 mol/L (caso o filtrado apresentasse precipitado branco repetia-se a etapa de lavagem do resíduo com a água, como na FIGURA 8) e se o filtrado permanecesse límpido o resíduo era colocado em papel filtro em uma placa de Petri de vidro e permanecia por uma hora na estufa à 105 °C.

FIGURA 7 – TESTE DO FILTRADO.



Fonte: O autor (2022).

FIGURA 8 – FIM DA FILTRAÇÃO.



Fonte: O autor (2022).

Após secar e esfriar em dessecador, o papel era dobrado envolvendo-o com outro papel de filtro qualitativo, conforme FIGURA 9, desta maneira dando sequência no equipamento GoldFish.

FIGURA 9 – PAPEL FILTRO APÓS SECAGEM EM ESTUFA.



Fonte: O autor (2022).

3.3.2 Extrato Etéreo – Método Soxhlet (GoldFish)

Seguindo os métodos analíticos do Sindirações (2013), a determinação do extrato etéreo pelo Método Soxhlet ou GoldFish é apropriada para produtos e subprodutos de origem animal ou vegetal, rações e concentrados, uma vez que não tenha passado por processo de extrusão. Não indicado para produtos lácteos e glúten de milho 60 %, porém, quando a amostra é submetida previamente por uma hidrólise ácida ou alcalina pode-se utilizar este método.

Neste caso, dando sequência a etapa anterior, ligou-se o equipamento certificando-se da circulação da água nas serpentinas dos condensadores. Acoplou-se o papel de filtro dentro dos cartuchos de celulose e encaixou no equipamento. As FIGURAS 10 e 11 mostram o aparato para extração de gordura.

Em seguida com auxílio de uma proveta adicionou-se 120 mL de solvente no copo *reboiler* previamente seco à 105 °C cuja massa havia sido previamente determinada, após conectou-se o copo no condensador a uma temperatura de 20 °C acima que o ponto de ebulição do solvente utilizado. Mergulhou-se o cartucho no solvente, assim que entrou em ebulição manteve-se por 90 minutos com os cartuchos submersos.

FIGURA 10 – ETAPA DE EXTRAÇÃO DE GORDURA.



Fonte: O autor (2022).

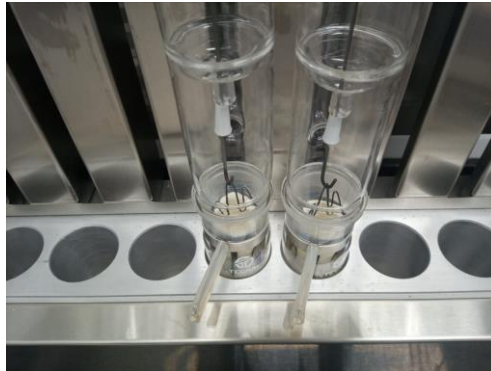
FIGURA 11 – EQUIPAMENTO GOLDFISH.



Fonte: o autor (2022).

Após este período suspendeu-se os cartuchos e deixando em refluxo com o solvente por uma hora a temperatura de 60 °C a mais que o ponto de ebulição do solvente, conforme FIGURA 12. Depois fechou-se o condensador para a recuperação do solvente, mostrado na FIGURA 13.

FIGURA 12 – ETAPA DE LAVAGEM.

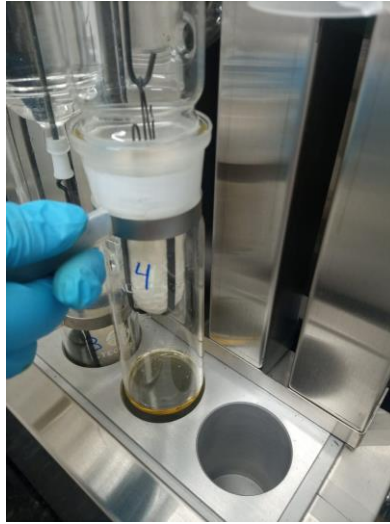


Fonte: O autor (2022).

FIGURA 13 – ETAPA DE RECUPERAÇÃO DO SOLVENTE.

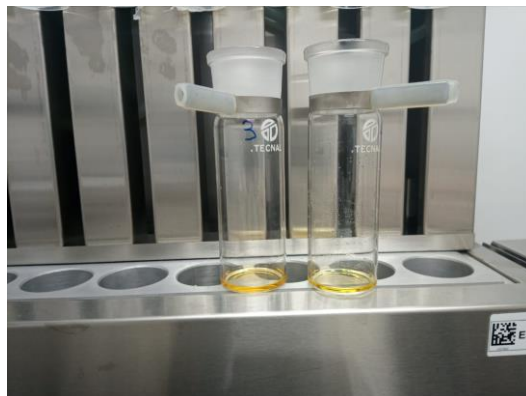


Fonte: O autor (2022).

FIGURA 14 – REMOÇÃO DO COPO *REBOILER*.

Fonte: O autor (2022).

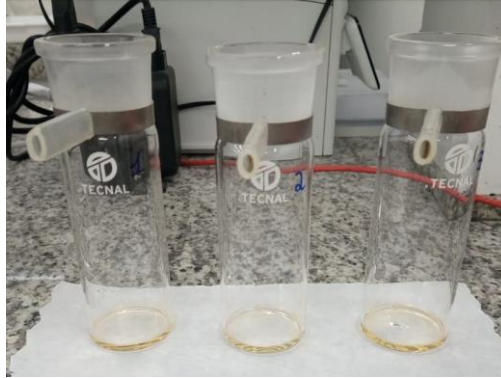
FIGURA 15 – FIM DA EXTRAÇÃO.



Fonte: O autor (2022).

Logo após, levou-se os copos *reboilers* (FIGURAS 14 e 15) para secagem em estufa a 105 °C por 90 minutos, que posteriormente foram submetidos ao resfriamento em dessecador até temperatura ambiente e, por último, foram pesados. As FIGURAS 16 e 17 mostram os *reboilers* após a secagem em estufa e o fim da análise, respectivamente.

FIGURA 16 – APÓS SECAGEM EM ESTUFA.



Fonte: O autor (2022).

FIGURA 17 – FIM DA ANÁLISE.



Fonte: O autor (2022).

Em seguida calculou-se a porcentagem de gordura conforme Equação 1.

3.4 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os resultados foram avaliados por meio de análise de variância (ANOVA) e teste de Tukey, ao nível de significância de 5% ($p < 0,05$), utilizando o Software Statistic 8.0 (STATSOFT Inc.), correspondendo a médias das repetições \pm desvio padrão, sendo a variável independente as amostras (os lotes utilizados) e a variável dependente o teor de gordura em porcentagem.

Análise de variância (ANOVA) é uma técnica estatística que possibilita avaliar se existe uma diferença significativa entre as médias e se os fatores estão influenciados em alguma variável dependente.

O teste de Tukey, é um procedimento de comparação múltipla de etapa única e teste estatístico. Ele pode ser usado para encontrar meios que são significativamente diferentes uns dos outros.

Statistic 8.0 é um *software* de métodos estatísticos que abrange um conjunto de ferramentas para análise, gestão e visualização de bases de dados.

4 APRESENTAÇÃO DOS RESULTADOS

A porcentagem de gordura extraída das amostras de creme em pó foi avaliada através dos métodos de extração com solvente hexano sem hidrólise ácida, extração com solvente hexano sem-terra diatomácea, extração com solvente éter de petróleo sem hidrólise ácida, extração com solvente hexano com hidrólise ácida, extração com solvente éter de petróleo com hidrólise ácida.

Na TABELA 3 abaixo estão apresentados os dados da extração realizada por GoldFish com solvente Hexano com Hidrólise ácida e seus respectivos desvios médios. Os tratamentos são os lotes utilizados do mesmo produto, sendo que para cada tratamento foram realizadas duplicatas.

TABELA 3 - % DE GORDURA EXTRAÍDA DAS AMOSTRAS DE CREME EM PÓ DE DIFERENTES LOTES PELO MÉTODO DE GOLDFISH COM HEXANO.

Lotes	Média ± desvio médio
57148	70,10 ± 0,50 ^a
57134	66,65 ± 2,65 ^a
56534	68,10 ± 0,50 ^a

Letras diferentes representam diferença significativa (p<0,05).

Fonte: O autor (2022).

Por meio do Teste de Tukey é possível verificar que não existe diferença significativa entre os lotes, ou seja, não existe diferença significativa entre os lotes avaliados. Apesar de não haver diferença significativa entre as amostras, o lote 57148 apresentou maior % de gordura extraída.

Na TABELA 4 são apresentados os dados da extração realizada por Soxhlet com solvente hexano sem hidrólise ácida (T1), da extração com solvente hexano com hidrólise ácida, porém sem-terra diatomácea (T2) e da extração com solvente éter de petróleo sem hidrólise ácida (T3) e seus respectivos desvios médios, sendo que para cada tratamento foram realizadas duplicatas e utilizadas o mesmo lote 56534 da amostra.

TABELA 4 - % DE GORDURA EXTRAÍDA DAS AMOSTRAS DE CREME EM PÓ PELO MÉTODO DE SOXHLET.

Tratamento	Média ± desvio médio
T1	54,00 ± 0,50 ^b
T2	68,15 ± 0,15 ^c
T3	37,25 ± 0,25 ^a

Letras diferentes representam diferença significativa (p<0,05).

Fonte: O autor (2022).

Por meio do Teste de Tukey para os valores apresentados na TABELA 4 é possível verificar que existe diferença significativa entre os tratamentos. Por meio dos dados obtidos, é possível afirmar que o tratamento T2 (extração com solvente hexano com hidrólise ácida, porém sem-terra diatomácea) possui maior eficiência na extração da gordura do creme em pó, uma vez que a % de gordura extraída foi maior, quando comparada aos demais tratamentos. Ainda, é possível verificar entre os tratamentos T1 (extração com solvente hexano sem hidrólise ácida) e T3 (extração com solvente éter de petróleo sem hidrólise ácida) que o solvente mais indicado para este tipo de análise é o hexano, uma vez que o tratamento em que este foi utilizado obteve-se maior percentual de gordura extraída.

No entanto, na TABELA 4 é confirmado a teoria que produtos lácteos e seus derivados necessita da hidrólise ácida para se obter a real porcentagem de gordura presente na amostra, ou seja, uma fração dessa gordura pode estar ligada a proteínas ou carboidratos.

Por meio da TABELA 5 é possível observar os resultados provenientes da extração realizada por GoldFish com solvente hexano com hidrólise ácida (T4) e da extração com solvente éter de petróleo com hidrólise ácida (T5) e seus respectivos desvios médios, sendo que para cada tratamento foram realizadas duplicatas e utilizadas o mesmo lote 56534 da amostra.

TABELA 5 - % DE GORDURA EXTRAÍDA DAS AMOSTRAS DE CREME EM PÓ PELO MÉTODO DE GOLDFISH.

Tratamento	Média ± desvio médio
T4	65,80 ± 1,20 ^a
T5	67,00 ± 0,00 ^a

Letras diferentes representam diferença significativa ($p < 0,05$).

Fonte: O autor (2022).

Por meio do Teste de Tukey é possível verificar que não existe diferença significativas entre os tratamentos T4 e T5, ou seja, não existe diferença significativa entre os métodos avaliados. Apesar de não haver diferença significativa entre os tratamentos, o tratamento T5 apresentou maior percentual de gordura extraída.

Considerando o tratamento T3 (extração com solvente éter de petróleo sem hidrólise ácida) e o tratamento T5 (extração com solvente éter de petróleo) é possível observar que ambos os solventes são eficientes para tratamentos distintos, uma vez que em hidrólise ácida o éter de petróleo demonstrou-se mais eficiente.

A TABELA 6 apresenta os resultados via úmida realizados em laboratório externo em comparativo com outros métodos para os 3 lotes avaliados.

TABELA 6 - RESULTADOS DO PERCENTUAL DE GORDURA PARA O CREME EM PÓ DE ACORDO COM AS METODOLOGIAS AVALIADAS.

Metodologia	Lotes		
	56534	57148	57134
NIR	70,60	71,60	72,25
Butirômetro	72,50	74,70	73,60
Rosë-Gottlieb	69,08	69,56	69,86
GoldFish	68,10	70,10	66,65

Fonte: O autor (2022).

Por meio dos resultados obtidos em laboratório externo, é possível verificar a coerência dos dados obtidos durante esta pesquisa, uma vez que para o lote 56534 o resultado obtido em laboratório externo foi de 69,08% enquanto o resultado encontrado na pesquisa foi de 68,10%. Para os demais lotes também foi possível observar tal coerência sendo para o lote 57148 o resultado do laboratório externo de 69,56% e resultado da pesquisa 70,10% e para o lote 57134 o resultado do laboratório externo de 69,86% e durante a pesquisa foi de 66,65%.

Este produto creme em pó é baseado na instrução normativa CODEX STAN 207-1999, esta norma substitui a norma para creme, pó, semi-creme em pó e leite em pó rico em gordura (A-10-1971) adotado em 1999 com emendas 2010, 2013, 2014 (CODEX STAN, 1999). Sendo assim, para este produto em específico não há regulamentos e/ou legislações brasileiras a serem seguidas. No entanto, está regulamentação exige que o produto tenha teor mínimo de gordura de 42%, ou seja, conforme os resultados apresentados o produto creme em pó atende a legislação vigente.

TABELA 7 - DIFERENÇA SIGNIFICATIVA ENTRE OS MÉTODOS AVALIADOS.

Metodologia	Média ± desvio médio
NIR	71,48 ± 0,59 ^{bc}
Butirômetro	73,600 ± 0,73 ^c
Rosë-Gottlieb	69,50 ± 0,28 ^{ab}
GoldFish	68,28 ± 1,21 ^a

Letras diferentes representam diferença significativa ($p < 0,05$).

Fonte: O autor (2022).

Por meio da TABELA 7 é possível verificar, por meio do Teste de Tukey, as diferenças significativas entre os métodos avaliados, tendo em vista que os valores

apresentados são provenientes das médias entre os lotes avaliados. Entende-se que os métodos de GoldFish e Rosë-Gottlieb não diferiram entre si. Além disso, o resultado proveniente do método utilizado pelo laboratório externo (Rosë-Gottlieb) não diferiu significativamente do resultado apresentado pelo NIR. Por fim, o resultado apresentado pelo método do butirômetro não diferiu significativamente do resultado apresentado pelo NIR. Assim, foi possível avaliar a escolha do solvente mais adequado para o creme em pó, além da necessidade de submeter a amostra ao processo de hidrólise ácida. Também foi possível comparar os resultados obtidos para o GoldFish com as demais metodologias disponíveis.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

O presente trabalho teve como objetivo realizar a verificação da quantificação da gordura do creme em pó a partir do uso do equipamento GoldFish com hidrólise ácida em virtude do tipo de processamento utilizado na amostra e conforme os resultados apresentados mostram que os maiores valores obtidos na extração foram utilizando o método de GoldFish com solvente hexano com hidrólise ácida.

Segundo a regulamentação, o método recomendado para análise de determinação da gordura para este produto é a gravimetria (Rosë-Gottlieb). Conforme os resultados apresentados não houve diferença significativa entre os métodos GoldFish com hidrólise ácida e Rosë-Gottlieb (analisado em laboratório externo).

Finalizando, o presente trabalho conclui-se que o equipamento GoldFish está aprovado para este produto em específico (creme em pó) utilizando a metodologia extrato etéreo hidrólise ácida – método direto do Sindirações (2013).

5.1 RECOMENDAÇÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Recomenda-se para trabalhos futuros a utilização de um aparelho digestor adaptado com condensador de bolas, para que não ocorra perdas durante a digestão da amostra. Devido a indisponibilidade destas ferramentas foram necessárias adaptações para os testes.

Sugere-se também que seja realizado um estudo para o tempo necessário e ideal para as etapas de extração no equipamento GoldFish e o tempo de secagem em estufa.

Por fim, sugere-se realizar uma validação deste procedimento com uma quimiometria mais abrangente.

REFERÊNCIAS

ANTONIO, G. **Análises de materiais biológicos**. 2006. Universidade Estadual de Campinas – Faculdade de Engenharia Agrícola. Disponível em: https://d1wqtxts1xzle7.cloudfront.net/34868937/Analise_de_Material_Biologico-with-cover-page-v2.pdf?Expires=1667957259&Signature=PnBdwyg2cE4RqrglXyASJZE-uQxmShkvFrflaDNkEWmxYm9sQ2oIEu7hpMAHF1ebstl4dnX25GGUAZ3q5hCIH0SgeMqzV3MK3r83mnykPtfTnJDw6mJobzOZ0e2iVSwAr0jcc7PAstRM-nEo51tD17K6a56S8yL5cUsqmgNGIBBej0JstVAF6cYUH2c8Tkz7wyWelzn~pnby5p6ujtrUNou7IWxXkqnHfdU0huRoSTiyAQyh9v3jScP-gu5XHb9fp1OFKICmBe6HIHKwpArb~vPm625iKaAdOce2S5nXBMMKVT~NSGtrfNZ0kcai2NHT9AteTEJRv46A5T~oAISSpw__&Key-Pair-Id=APKAJLOHF5GGSLRBV4ZA. Acesso em: 02/11/2022.

BRASIL. Ministério da Agricultura. **Regulamentos Técnicos de Produção, Identidade e Qualidade do Leite**. Instrução Normativa 51, 18/09/02. Brasília: Ministério da Agricultura, 2002.

BRASIL. Ministério da Agricultura do Abastecimento e da Reforma Agrária. **Regulamento Técnico de identidade e qualidade de creme de leite**. Portaria nº146 de 07 de março de 1996.

BRASIL. Ministério da Agricultura do Abastecimento e da Reforma Agrária. **Regulamentos Técnicos de identidade e qualidade dos produtos lácteos**. Portaria nº146 de 07 de março de 1996. Disponível em: https://www.dourados.ms.gov.br/wp-content/uploads/2016/05/RTIQ-Leite-Completo-PORTARIA-146_96-ok.pdf. Acesso em: 05/11/2022.

BRASIL. Ministério da Agricultura. **Regulamentos Comuns ao Leite e seus derivados**. Publicado em 04/09/20 e atualizado em 26/09/2022. Disponível em: <https://www.gov.br/agricultura/pt-br/assuntos/suasa/regulamentos-tecnicos-de-identidade-e-qualidade-de-produtos-de-origem-animal-1/rtiq-leite-e-seus-derivados>. Acesso em: 01/11/2022.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº 68, de 12 de dezembro de 2006. Seção 1, p. 8. Oficializa os métodos analíticos oficiais físico-químicos, para controle de leite e produtos lácteos. Diário Oficial da República Federativa do Brasil, Brasília, 14 dez. 2006.

BRUM, S. A. A. et.al.; **Métodos de extração e qualidade da fração lipídica de matérias-primas de origem vegetal e animal**. Quim. Nova, Vol. 32, No. 4, 849-854, 2009.

CLINIMED, Saúde e Segurança do Trabalho. **Quais os perigos do hexano para a saúde?**. 03 junho 2020. Disponível em: <https://clinimedjoinville.com.br/quais-os-perigos-do-hexano-para-a-saude/>. Acesso em: 05/01/2023.

EMBRAPA. **Ficha de informação de segurança**. 2001, SP. Disponível em: <https://cloud.cnpgc.embrapa.br/wpcontent/igu/fispq/laboratorios/%C3%89ter%20de%20petr%C3%B3leo.pdf>. Acesso em: 05/01/2023.

FLAUZINO, D. Rodrigo; **INFLUÊNCIA DA TEMPERATURA E DO TEOR DE GORDURA NOS PARÂMETROS REOLÓGICOS DO LEITE CONDENSADO E CREME DE LEITE**. Universidade Estadual Paulista, São José do Rio Preto 2007.

GALLINA, A. D. et.al.; **Comparação de métodos para determinação do teor de gordura em doce de leite pastoso light**. Doutora, Centro de Pesquisa e Desenvolvimento de Laticínios (Tecnolat), Instituto de Tecnologia de Alimentos, Campinas, SP, 2009. Disponível em: https://ital.agricultura.sp.gov.br/arquivos/tl/artigos/comparacao_metodos_para_determinacao_do_teor_de_gordura_em_doce_de_leite_pastoso_light.pdf. Acesso em: 30/10/2022.

GALERIANI, M. T.; COSMO*, M.N.B. **Métodos de determinação de extrato etéreo, proteína bruta e fibra em detergente neutro**. Vol.4. Revista Agronomia Brasileira. Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” – Unesp. 2020. Disponível em: <https://www.fcav.unesp.br/Home/ensino/departamentos/cienciasdaproducaoagricola/aboratoriomatologia-labmato/revistaagronomiabrasileira/rab202010.pdf>. Acesso em: 31/10/2022.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. 4 ed., 1 ed. digital. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 2008. 1020 p.

LABSYNTH, Produtos para Laboratórios. **Ficha de informações de segurança de produtos químicos**. Revisão 08/08/2022, Diadema – SP. Disponível em: <https://www.labsynth.com.br/fispq/FISPQ-%20Hexano%20N.pdf>. Acesso em 05/01/2023.

LEMPK, W. M. et.al.; **Creme Culinário: tecnologias Alibra para estabilização e textura**. 05/07/2021. Disponível em: <https://alibra.com.br/informes-tecnicos-e-comerciais/creme-de-leite-uht-solucoes-alibra-para-estabilizacao-e-textura/>. Acesso em: 30/10/2022.

LINK, V. J. **Análise de Alimentos**. Centro Universitário Leonardo da Vinci – UNIASSELVI. Indaial, 2020. Disponível em: <https://docplayer.com.br/220459918-Analise-de-alimentos-prof-jade-varaschim-link-indaial-a-edicao.html>. Acesso em: 05/11/2022.

MAPA, **Determinação de lipídios em leite e produtos lácteos pelo método butirométrico**. Código: MET POA/SLAV/08/03/01.página 1 de 10. emissão: 17/07/2014. Disponível em: <https://docplayer.com.br/19165095-Determinacao-de-lipidios-em-leite-e-produtos-lacteos-pelo-metodo-butirometrico.html>. Acesso em: 05/11/2022.

MAPA, **Determinação de Lipídios em Leite e Derivados Lácteos pelo Método de Roese-Gottlieb**. Código: MET POA/23/01/01. página 1 de 6. emissão: 26/08/2013. Disponível em: <https://docplayer.com.br/23014618-Determinacao-de-lipidios-em>

leite-e-derivados-lacteos-pelo-metodo-de-roese-gottlieb.html. Acesso em: 05/11/2022.

NORMA DEL CODEX PARA LAS LECHES EN POLVO Y LA NATA (CREMA) EN POLVO CODEX STAN 207-1999. Adoptado en 1999. Enmiendas 2010, 2013, 2014.

POQ 6. **Determinação do teor de Lipídeos.** Globallab. 18/10/2013. Disponível em: <https://docplayer.com.br/47467212-Poq-6-determinacao-do-teor-de-lipidos.html>. Acesso em: 05/11/2022.

PROCEDIMENTO B. Diretiva Européia 98/64/CE. **Journal Officiel des Communautés Européennes.** 19 de setembro de 1998.

RECOMMENDED METHODS OF ANALYSIS AND SAMPLING. CODEX alimentarius international food standards. CXS 234-1999¹. Adopted in 1999.

RIBEIRO, de S. A. et.al.; **Comparação de diferentes métodos analíticos para quantificação de lipídios em creme de ricota.** Rev. Inst. Latic. “Cândido Tostes”, Nov/Dez, nº 389, 67: 51-55, 2012. Disponível em: <https://www.revistadoilct.com.br/rilct/article/viewFile/226/236>. Acesso em: 01/11/2022.

ROCHA, de A. Andréa. **Métodos de Análises de Alimentos.** Escola Estadual de Educação Profissional (EEEP), curso Técnico em Nutrição e Dietética. Fortaleza – Ceará, 2013. Disponível em: https://efivest.com.br/wp-content/uploads/2017/12/nutricao_e_dietetica_metodos_de_analise_de_alimentos.pdf. Acesso em: 24/11/2022.

SILVEIRA, R. D. et.al.; **Hidrólise ácida, alcalina e enzimática.** Revista Atitude - Faculdade Dom Bosco de Porto Alegre Ano IV Número 7 Janeiro - Junho de 2010. Disponível em: <https://www.tratamentodeagua.com.br/wp-content/uploads/2016/10/Hidr%C3%B3lise-%C3%A1cida-alcalina-e-enzim%C3%A1tica.pdf>. Acesso em: 07/11/2022.

SINDIRAÇÕES. **Compêndio Brasileiro de Alimentação Animal.** Métodos Analíticos, 2013.

SOARES, P. M. K. et.al.; **Qualidade do creme de leite artesanal.** Semina: Ciências Agrárias, Londrina, v. 34, n. 6, p. 2937-2944, nov./dez. 2013.

TECNAL. **Determinação de gordura: Goldfish X Soxhlet.** Blog. Disponível em: https://tecnal.com.br/pt-BR/blog/228_determinacao_de_gordura_goldfish_x_soxhlet. Acessado em: 29/10/2022.

TECNAL. **Óleos, Graxas e Gorduras: Determinação pelo extrator Goldfish.** Tecnal indústria, comercio, importação e Exportação de Equipamentos para Laboratorios Ltda. Piracicaba/SP.

VENTUROSO, C. R. et.al.; **Determinação da composição físico-química de produtos lácteos: estudo exploratório de comparação dos resultados obtidos por metodologia oficial e por ultra-som.** Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas Brazilian Journal of Pharmaceutical Sciences vol. 43, n. 4, out./dez.,

2007. Disponível em:

<https://www.scielo.br/j/rbcf/a/38tSRd7Fg7hXbsHHmP3SrLm/?lang=pt&format=pdf>.

Acesso em: 05/11/2022.