

## COMPARAÇÃO DE MÉTODOS PARA DETERMINAÇÃO DO TEOR DE GORDURA EM DOCE DE LEITE PASTOSO *LIGHT*

### Comparative study of methods for the determination of the fat content in reduced-fat dulce de leche

Darlila Aparecida Gallina<sup>1</sup>  
Adriane Dyck Rogalsky<sup>1</sup>  
Raissa Garcia Teixeira<sup>1</sup>  
Adriana Torres Silva e Alves<sup>1</sup>  
Ariene Gimenes Fernandes Van Dender<sup>1</sup>

#### RESUMO

O mercado de produtos "*light*" vem crescendo a cada dia e o estabelecimento de métodos adequados para análise desses produtos é necessário, já que os mesmos possuem características diferenciadas. O método de Gerber calibrados funciona muito bem e vem sendo amplamente utilizado para determinação do teor de lipídios em produtos lácteos com teor normal de gordura. Entretanto este método tem demonstrado não ser aplicável em produtos lácteos com teor reduzido de gordura. Assim, o presente trabalho teve por objetivo comparar os métodos de Gerber, Mojonnier adaptado e Roese-Gottlieb para determinação do teor de lipídios em doce de leite pastoso *light*. Na análise dos resultados observou-se que o método de Gerber se mostrou inadequado para determinação de gordura em doce de leite *light*. A diferença encontrada entre as porcentagens de gordura obtidas pelos outros dois métodos não foi significativa ( $p > 0,05$ ). No entanto, o desvio padrão e coeficiente de variação menores no método de Roese-Gottlieb indicam que a separação e extração da gordura por este método foi mais eficiente. Considerando os resultados obtidos neste trabalho conclui-se que o método de Roese-Gottlieb apresentou maior precisão, repetibilidade e facilidade de execução, para determinação de gordura em doce de leite pastoso *light*, sendo mais apropriado para este tipo de produto.

**Termos para indexação:** análise, Gerber, Mojonnier, lipídios, teor reduzido de gordura.

#### INTRODUÇÃO

O mercado atual está cada vez mais segmentado devido, principalmente, às necessidades especiais de alguns consumidores e do aumento da consciência da relação "alimento x saúde". De acordo com a ABIAD (Associação Brasileira da Indústria de Alimentos Dietéticos e Para Fins Especiais) nos últimos dez anos o mercado de produtos *diet* e *light* apresentou um crescimento de 800%. O setor fechou 2007 com incremento de 17% em relação a 2006, ultrapassando a marca dos US\$6 bilhões (ABIAD, 2008a; ABIAD, 2008b; ABIAD, 2008c).

Doce de Leite é 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 e adicionado de sacarose (parcialmente substituída ou não por monossacarídeos e/ou outros dissacarídeos). A denominação doce de leite está reservada ao produto em que a base láctea não contenha gordura e/ou proteína de origem não láctea. De acordo com essa legislação (BRASIL, 1997) o produto final deverá ter teor de umidade máximo de 30g/100g; matéria gorda de 6,0 a 9,0 g/100g, teor de cinzas máximo de 2,0g/100g e teor de proteína mínimo de 5,0g/100g.

<sup>1</sup> Doutora, Centro de Pesquisa e Desenvolvimento de Laticínios (Tecnolat), Instituto de Tecnologia de Alimentos, Campinas, SP, email:darlila@ital.sp.gov.br.

Na versão *light* (ou leve ou reduzido), o doce de leite deve apresentar uma diferença relativa mínima de 25% no valor energético ou conteúdo de nutrientes dos alimentos comparados. No caso do teor de gordura, em relação às condições no produto pronto para consumo, o produto deve apresentar uma redução mínima de 25% no teor de gorduras totais e no máximo 3 g de gorduras por 100 g de alimento (sólidos) ou 1,5 g de gorduras por 100 mL de alimento (líquidos) (BRASIL, 1998).

A determinação do teor de gordura em produtos lácteos é normalmente efetuada utilizando butirômetros calibrados, pelo método de Gerber, devido à rapidez e facilidade da análise e na confiabilidade dos resultados. No método de Gerber a emulsão de óleo e água, que ainda se apresenta cercada por um filme de proteínas, é feita com a utilização de ácido sulfúrico, a separação da gordura e a redução do efeito da carbonização do ácido sulfúrico sobre a amostra é obtida com a utilização de álcool isoamílico. A amostra é centrifugada em tubo chamado butirômetro, calibrado e com uma escala volumétrica. A gordura se separa da fase aquosa e é medida diretamente no butirômetro (SILVA et. al., 2002). A análise de leite, doce de leite, creme de leite e queijo com butirômetros de Gerber calibrados funciona muito bem em produtos com teor normal de gordura, sendo amplamente utilizada. Entretanto este método tem demonstrado não ser aplicável em produtos lácteos com teor reduzido de gordura, como o doce de leite pastoso *light*, sendo, portanto necessário avaliar outros métodos.

O método de Mojonnier é um método oficial reconhecido pela AOAC (Official Methods of Analysis) e pela APHA (American Public Health Association), e tem por base a extração da gordura por solvente. O método de Mojonnier baseia-se no uso de hidróxido de amônia 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 mais 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). É um método mais demorado quando comparado ao de Gerber e a quantidade de reagentes empregada é bem maior. Na utilização do método de Mojonnier para requeijão cremoso *light*, Silva et. al. (2002) efetuaram uma adaptação da metodologia oficial, com emprego não apenas da digestão alcalina, mas também de digestão ácida a quente com ácido clorídrico e banho fervente. Um dos métodos preconizados pela legislação brasileira (BRASIL, 2006), para determinação de lipídios em produtos lácteos é chamado de Roesse-Gottlieb – Método A, no qual se emprega os frascos de Mojonnier, efetuando-se a digestão alcalina com hidróxido de amônio e a extração etérea, de acordo com os métodos FIL-IDF (1987).

O presente trabalho teve por objetivo comparar os métodos de Gerber, Mojonnier adaptado e Roesse-Gottlieb para determinação do teor de lipídios em doce de leite pastoso *light* visando definir qual o método mais apropriado para este tipo de produto.

## MATERIAL E MÉTODOS

Para este estudo empregou-se doce de leite *light* processado no Centro de Tecnologia de Laticínios do ITAL. O produto foi formulado de modo que a concentração final de gordura no mesmo fosse de no máximo 3%. Foram realizadas dez análises em cada método empregado, sendo que as análises foram repetidas três vezes, totalizando 30 resultados em cada método analítico.

Para determinação do teor de gordura do doce de leite *light* foram empregados os métodos de Solução de Análise (SILVA et al., 1997), Mojonnier adaptado (SILVA et. al., 2002) e Roesse-Gottlieb (BRASIL, 2006). No método de Solução de Análise emprega-se butirômetros de Gerber para leite, efetuando-se a diluição da amostra. No método de Mojonnier com alterações do método oficial (AOAC, 1996), emprega-se digestão ácida à quente da amostra com HCl 50% em banho fervente por aproximadamente 20 minutos, à partir daí procede-se de acordo com a metodologia oficial, modificando-se apenas o volume dos ésteres na segunda extração e utilizando o álcool na terceira extração. No método de Roesse-Gottlieb, emprega-se os frascos de Mojonnier, efetuando-se a digestão alcalina com hidróxido de amônio e a extração etérea, de acordo com os métodos FIL-IDF (1987), e determinando-se o teor de lipídios gravimetricamente. Os resultados obtidos foram avaliados estatisticamente por meio de análise de variância (ANOVA) e Teste de Tukey para comparação das médias (nível de significância de 5%), empregando o programa Statistica 5.0.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

Pelo método de Solução da Análise - Gerber (butirométrico) dos 30 resultados obtidos, 13 apresentaram

teor de gordura entre 1,0 e 2,5% e 17 foram considerados “zero” ou sem leitura, portanto tais resultados foram desconsiderados na comparação dos métodos, ou seja, este método se mostrou inadequado para determinação de gordura em doce de leite *light*.

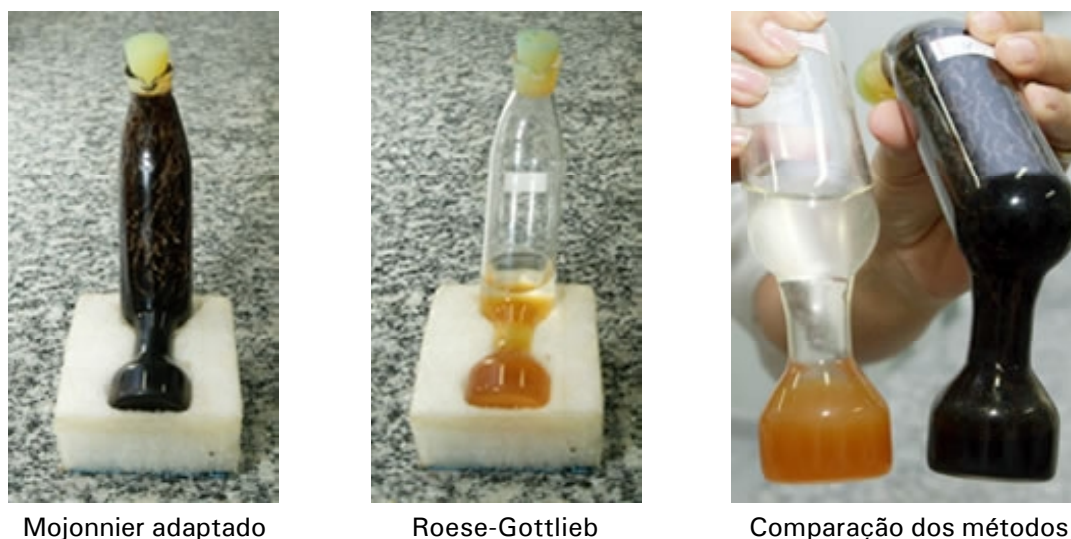
Os resultados obtidos pelos métodos de Mojonnier adaptado e Roese-Gottlieb, na determinação do teor de lipídios estão apresentados na Tabela 1.

**Tabela 1** – Resultados médios das análises de gordura para o doce de leite pastoso *light* (n = 30).

	Mojonnier adaptado	Roese-Gottlieb
Gordura (%) *	3,1956 <sup>a</sup>	2,9796 <sup>a</sup>
Desvio padrão	0,3263	0,0368
Coefficiente de variação (%)	10,2097	1,2341
Intervalo de variação (%)	2,7046-3,6573	2,8551-3,0874

\* Valores na mesma linha, seguidos de letras iguais, não diferem estatisticamente ao nível de 5%.

No Método de Mojonnier, devido à digestão ácida a quente ocorreu a “queima” dos açúcares, dificultando a visualização da separação de fases e a extração da gordura. A diferença encontrada entre as porcentagens de gordura obtidas pelos dois métodos não foi significativa para análise do doce de leite pastoso *light* ( $p > 0,05$ ). No entanto, o desvio padrão e coeficiente de variação menores no método de Roese-Gottlieb indicam que a separação e extração da gordura por este método foi mais eficiente, ou seja, este método tem maior precisão que o método de Mojonnier adaptado. Segundo Pimentel Gomes (2000), se o coeficiente de variação (CV) for inferior a 10% o experimento tem alta precisão, de 10 a 20% os experimentos são considerados de boa precisão e de 20 a 30% de baixa precisão. Além disto, a visualização da separação de fases e extração da gordura no método de Roese-Gottlieb é mais evidente, conforme a Figura 1. Outra vantagem é a não utilização de ácido clorídrico para dissolução da emulsão proteína-gordura, o que reduz custo e manipulação com este reagente, além de ser um método oficial para análise de lipídios em produtos lácteos (BRASIL, 2006).



**Figura 1** – Comparação entre os Métodos de Mojonnier adaptado e Roese-Gottlieb.

## CONCLUSÃO

Considerando os resultados obtidos neste trabalho conclui-se que o método de Roese-Gottlieb apresentou maior precisão, repetibilidade e facilidade de execução, para determinação de gordura em doce de leite pastoso *light*, sendo, portanto o método mais apropriado para este tipo de produto.

## SUMMARY

As the market for reduced- and no-fat products continues to grow steadily, the increasingly differentiating characteristics among these food products require more accurate and reliable methods of

analysis. The Gerber method works well when properly calibrated and has been widely used to determine the lipid content of regular-fat dairy products. However, this method has been shown to be not applicable to reduced-fat dairy foods. For that reason, the objective of this study was to compare the Gerber, modified Mojonnier and the Roese-Gottlieb methods to determine the fat content in spreadable forms of reduced-fat or "light" *dulce de leche*. Analysis of the results showed that the Gerber method was inadequate for determining the fat content in reduced-fat *dulce de leche*. Although the difference between the results produced by the Gerber method and those yielded by the two other methods was not statistically significant ( $p > 0,05$ ), the standard deviation and coefficient of variance of the Roese-Gottlieb method indicate that the separation and extraction of fat was more efficient by this method. From the results of this study, it was concluded that the Roese-Gottlieb method has greater precision and repeatability, in addition to being easier to perform to determine the fat content of spreadable reduced-fat *dulce de leche* and, for that reason, was the method most indicated for this type of product.

**Index terms:** analysis, Gerber, Mojonnier, lipids, reduced fat content

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABIAD – Associação Brasileira da Indústria de Alimentos Dietéticos e para fins especiais. **Mercado Light e Diet**. Disponível em: <[http://www.abiad.org.br/pdf/mercado\\_light\\_diet.pdf](http://www.abiad.org.br/pdf/mercado_light_diet.pdf)>. Acesso em: 22 out. 2008a.

ABIAD – Associação Brasileira da Indústria de Alimentos Dietéticos e para fins especiais. **Mercado Diet e Light novo**. Disponível em: <[http://www.abiad.org.br/pdf/mercado\\_diet\\_light\\_novo.pdf](http://www.abiad.org.br/pdf/mercado_diet_light_novo.pdf)>. Acesso em: 22 out. 2008b.

ABIAD – Associação Brasileira da Indústria de Alimentos Dietéticos e para fins especiais. **O consumidor e o mercado Diet e Light**. Disponível em: <[http://www.abiad.org.br/pdf/consumidor\\_e\\_diet\\_light.pdf](http://www.abiad.org.br/pdf/consumidor_e_diet_light.pdf)>. Acesso em: 22 out. 2008c.

AOAC – ASSOCIATION OF ANALYTICAL CHEMISTRY. Method 989. Fat in milk. In: Official methods of analysis of AOAC International. 17 ed. Washington, 1996.

APHA – American Public Health Association. Standard methods for the microbiological examination of dairy products. 17<sup>th</sup> ed. Washington: APHA, 2004. 570 p.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Secretaria de Defesa Agropecuária. Instrução Normativa nº 68, de 12 de dezembro de 2006. **Lipídios – Método A : Roese-Gottlieb**. In: Métodos Analíticos Oficiais Físico-Químicos, para Controle de Leite e Produtos Lácteos. Disponível em: <http://extranet.agricultura.gov.br/sislegis-nsulta/servlet/VisualizarAnexo?id=12398>. Acesso em: 29 agosto 2007.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Secretaria de Defesa Agropecuária. Portaria nº 354, de 04 de setembro de 1997. **Regulamento Técnico Mercosul para Fixação de Identidade e Qualidade de Doce de Leite**. Disponível em: <http://extranet.agricultura.gov.br/sislegis-consulta/consultarLegislacao.do?operacao=visualizar&id=1229>. Acesso em: 01 agosto 2007.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA). Portaria nº 29, de 13 de janeiro de 1998 (Versão Republicada – 30.03.1998). **Regulamento Técnico referente a Alimentos para Fins Especiais**. Disponível em: <http://extranet.agricultura.gov.br/sislegis-nsulta/servlet/VisualizarAnexo?id=12398>. Acesso em: 29 agosto 2007.

INTERNATIONAL DAIRY FEDERATION, (FIL-IDF) **13C:1987**: evaporated milk and sweetened condensed milk: determination of fat content (Röse Gottlieb reference method). Brussels, 1987. 7 f.

PIMENTEL GOMES, F. **Curso de Estatística Experimental**, 14 ed., Piracicaba: Degaspari, 2000. 477p.

SILVA, A. T.; VAN DENDER, A. G. F.; ABUJAMRA, F.; SILVA, E. R. P.; SABINO, R. Comparação de métodos para determinação do teor de gordura em requeijão cremoso tradicional e com teor de gordura reduzido. **Revista do Instituto de Laticínios Cândido Tostes**, Juiz de Fora, v. 57, n. 327, p. 259-262, 2002.

SILVA, P. H. F.; PEREIRA, D. B. C.; OLIVEIRA, L. L.; COSTA JÚNIOR, L. C. G. Doce de leite e Leite Condensado. In: **Físico-química do Leite e Derivados – Métodos Analíticos**. 1ed. Juiz de Fora, MG: Oficina de Impressão Gráfica e Editora Ltda, 1997, p. 120-121.