

COMPARAÇÃO DE MÉTODOS PARA DETERMINAÇÃO DO EXTRATO SECO TOTAL EM DOCE DE LEITE PASTOSO

Comparative study of methods for the determination of the total dry matter in *dulce de leche*

Darlila Aparecida Gallina^{1*}

Adriane Dyck Rogalsky²

Adriana Torres Silva e Alves³

SUMÁRIO

O Doce de Leite é um produto típico da América Latina, produzido e consumido em grande escala no Brasil e na Argentina. No Brasil a produção de doce de leite é feita por muitas empresas, desde as caseiras até as grandes, gerando produtos com uma grande variação na qualidade, especialmente nas características físico-químicas (umidade/sólidos totais) e sensoriais (cor, aparência, textura, sabor). O teor de umidade e o extrato seco total são determinados por meio da evaporação da água ou perda da umidade do produto em estufa em temperatura adequada para cada produto e pesagem até peso constante. O objetivo deste estudo foi comparar quatro métodos para determinação do extrato seco, o descrito por Silva et. al. (1997), Brasil (2006 – A, B) e Adolfo Lutz (1985). A diferença encontrada entre os valores médios de extrato seco total nos métodos empregados não foi significativa ($p > 0,05$). De acordo com os dados obtidos na análise de extrato seco total de doce de leite pastoso concluiu-se que os métodos empregados neste trabalho apresentaram alta precisão e repetibilidade. O método Brasil (2006, A) além de ser preconizado pela legislação brasileira para análise de sólidos totais em produtos lácteos, apresentou maior facilidade de execução sendo, portanto o método sugerido para determinação do extrato seco total em doce de leite pastoso.

Termos para indexação: análise, umidade, doce de leite, sólidos totais

1 INTRODUÇÃO

O Doce de Leite é um produto típico da América Latina, produzido e consumido em grande escala no Brasil e na Argentina. É basicamente um produto resultante da cocção do leite com açúcar até a concentração e caramelização desejada. O doce de leite apresenta elevado valor nutricional por conter proteínas e minerais, além do alto conteúdo energético (FEIHRMANN et al., 2004).

No Brasil, a produção de doce de leite encontra-se ao redor de 34.000 toneladas/ano (MACHADO, 2005). É um produto obtido pela concentração, por meio de calor, de uma mistura que contém como componentes principais o leite e o açúcar (sacarose), podendo conter ingredientes opcionais, tais como: creme, glicose, cacau, chocolate, entre outros. Além de ser consumido puro ou em combinação com pães, queijos e outros alimentos o doce de leite serve como matéria-

prima para a indústria confeitaria e para outras empresas do setor alimentício, estando presente em diversos alimentos como bolos, sorvetes, balas, bolachas, licores e em inúmeras sobremesas.

Desde 1997, quando o Padrão de Identidade e Qualidade foi estabelecido pelo Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA), o doce de leite produzido e comercializado nos países integrantes do MERCOSUL, passou a ser definido como 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) na fabricação do doce de leite pode ser adicionada

1, 3 Pesquisador Científico, DSc. Instituto de Tecnologia de Alimentos (TECNOLAT-ITAL).
Av. Brasil, 2880, Jardim Chapadão. CEP 13070-178, Campinas, SP - *darlila@ital.sp.gov.br,
atorres@ital.sp.gov.br,

2 Médica Veterinária, Estagiária Tecnolát – ITAL. dricota@uol.com.br

sacarose até no máximo 30 kg/100 L de leite, sendo que 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.

Alguns laticínios, em função da nova legislação, passaram a utilizar uma série de ingredientes, como amidos ou amidos modificados, aditivos (estabilizantes, espessantes, conservadores, corante caramelo, umectante sorbitol) e algumas substâncias classificadas como coadjuvantes de tecnologia (hidróxido de sódio, hidróxido de cálcio, carbonato de sódio), anteriormente proibidos pelas normas do Ministério da Saúde.

A produção de doce de leite no Brasil é feita por muitas empresas, desde as caseiras até as grandes, com distribuição em todo o país. O doce de leite não apresenta uniformidade de qualidade, apesar de ser produzido em grande volume e amplamente empregado como um ingrediente alimentício. Os doces de leite disponíveis apresentam uma grande variação, especialmente em relação às características físico-químicas (teor de umidade/sólidos totais, gordura) e sensoriais (cor, aparência, textura, sabor).

A determinação da umidade é uma das medidas mais importantes utilizada na análise de alimentos e está relacionada com a estabilidade, qualidade, composição e textura dos alimentos. A umidade está diretamente relacionada às características dos alimentos como a estocagem, embalagem e o processamento. Alimentos estocados com alta umidade apresentam deterioração mais acelerada, ou menor vida útil, devido à alta atividade de água. A vida de prateleira dos produtos alimentícios é determinada por processos deteriorativos os quais são influenciados pela atividade de água presente no alimento (CORDEIRO, 2007).

O prazo de validade de um produto é definido como o tempo em que o mesmo mantém suas propriedades, quando conservado na embalagem original e sem avarias, em condições adequadas de armazenagem e utilização. No caso do doce de leite pastoso, o prazo de validade está associado à qualidade dos ingredientes, aos procedimentos de Boas Práticas de Fabricação e às técnicas de processamento, principalmente à etapa de acondicionamento do produto nas embalagens (plásticas ou de vidro). A matéria-prima, no caso o leite, não deve apresentar anormalidade de cor, sabor, odor ou aparência. O doce de leite pode ser adicionado de outros ingredientes, como por exemplo, coco, passas ou nozes. Estes ingredientes também podem reduzir a vida útil do produto, se contiverem alta carga de microorganismos deteriorantes ou patogênicos, se não forem bem selecionados, se estiverem mal acondicionados ou se estiverem mantidos em locais quentes e abafados. Dependendo dos fatores citados,

a durabilidade de um Doce de Leite Pastoso produzido adequadamente varia entre 160 a 180 dias. É importante ressaltar que a ANVISA (Agência Nacional de Vigilância Sanitária) considera que o prazo de validade de um alimento processado é sempre de responsabilidade do seu produtor. Cabe ao fabricante determinar corretamente o tempo da vida de prateleira (shelf-life) do seu produto.

Apesar de a literatura apresentar diversos métodos de determinação de umidade, métodos exatos, precisos, rápidos e simples; aplicáveis a todos os tipos de alimentos ou a produtos específicos, continuam a ser pesquisados. As dificuldades encontradas na determinação do extrato seco total dos alimentos são: separação incompleta de água do produto; decomposição do produto com formação de água além do original; perdas das substâncias voláteis do alimento que serão computadas como peso em água; oxidação, decomposição e interação de componentes (CORDEIRO, 2007).

O extrato seco total é determinado gravimetricamente por meio da evaporação da água ou perda da umidade do produto após secagem em estufa, na temperatura e tempo adequados. A temperatura empregada nesta avaliação depende do produto a ser seco bem como de suas características (composição). Na determinação do extrato seco total em doce de leite empregam-se métodos de análise por desidratação em estufa convencional ou com circulação de ar forçada, ou por evaporação em estufa a vácuo.

O presente trabalho teve por objetivo comparar e avaliar os principais métodos referenciados na literatura brasileira para determinação do extrato seco total em doce de leite visando evidenciar o método mais apropriado para este tipo de produto.

2 MATERIAL E MÉTODOS

Para este estudo empregou-se doce de leite pastoso processado no Centro de Tecnologia de Laticínios (Tecnolat), no Instituto de Tecnologia de Alimentos (ITAL). Leite tipo B pasteurizado contendo aproximadamente 3,5% de gordura foi neutralizado com bicarbonato de sódio até 12°Dornic, adicionado de 18% de açúcar e 2% de glicose (em 55-60°Brix), sendo concentrado em tacho aberto até 72-74°Brix. À partir de amostras do mesmo lote de doce de leite pastoso foram realizadas dez avaliações de extrato seco total em cada metodologia empregada, com três repetições, totalizando 30 resultados em cada método analítico.

No método descrito por Silva et. al. (1997) empregou-se estufa com circulação de ar forçada, já nos Métodos Brasil (2006 – A, B) utilizou-se estufa convencional para desidratação das amostras. No método descrito por Adolfo Lutz (1985) a determinação do extrato seco total foi realizada por meio de desidratação da amostra em

estufa a vácuo. As temperaturas e tempos de secagem empregadas nas avaliações variaram de 70 a 105°C e 2 a 6 horas.

No método para determinação do extrato seco total em doce de leite, descrito por Silva et. al. (1997), a amostra (5 gramas) misturada com 20 gramas de areia foi dessecada em estufa a 105°C por 3 horas e pesada até peso constante. No método Brasil (2006 - A) a amostra (3 gramas) foi misturada com 20 gramas de areia e dessecada em estufa a 85± 2°C durante 6 horas, sendo então avaliada até peso constante. No método Brasil (2006 - B), a amostra (5 gramas) foi misturada com 25 gramas de areia e 5 mL de água destilada, aquecida em fluxo de vapor (banho-maria) por 30 minutos, dessecada em estufa a 102°C durante 2 horas e pesada até peso constante. No método Adolfo Lutz (1985) a amostra (3 gramas) foi adicionada de 10 mL de água e misturada com 10 gramas de areia purificada, evaporada em banho-maria e seca em estufa a vácuo 70± 2°C por 2 horas, sendo posteriormente avaliada até peso constante.

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.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados obtidos pelos métodos descritos por Silva et. al. (1997), Brasil (2006 - A, B) e Adolfo Lutz (2005), na determinação do extrato seco total (EST) do doce de leite pastoso, estão apresentados na Tabela 1.

Observa-se que as amostras avaliadas encontram-se de acordo com a legislação vigente para doce de leite, em termos de teor de umidade, ou seja, inferior a 30 g/100 g de produto.

Não houve diferença significativa ($p > 0,05$) nos resultados médios dos teores de extrato seco total entre as metodologias empregadas nas avaliações. Os valores dos desvios padrão e coeficientes de variação demonstraram alta eficiência e precisão dos métodos. 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.

Em relação à execução das análises de extrato seco pelos métodos empregados, verificou-se que no método e Brasil (2006 -B), onde foram utilizadas maiores quantidades de amostra, 5 gramas ocorreu a queima algumas amostras de doce de leite analisadas, o que não é desejável. Este fato também foi devido à temperatura empregada na dessecação das amostras neste método, de 102°C. No método (Silva et. al., 1997) também ocorreu uma tendência ao escurecimento das amostras, provavelmente devido a temperatura empregada na secagem (105°C). Nas análises executadas de acordo com Adolfo Lutz (2005), empregando o método de desidratação em estufa à vácuo, ocorreu perda de várias amostras durante o processo de desidratação pois espirrava água com amostra nas paredes internas da estufa. O método Brasil (2006-A) não apresentou dificuldades na execução.

Cordeiro et al. (2007) compararam os métodos de desidratação em estufa convencional (EC) e em estufa com circulação de ar forçada (ECAF) a uma temperatura de 105°C para amostras comerciais de doce de leite pastoso. Foram avaliadas 18 amostras, cujos teores médios de umidade foram 21,18% para ECAF (78,82%EST) e 13,66% para EC (86,34%), com teores de umidade variando de 19,46 a 22,12% e 9,49 a 22,13%, respectivamente. Os autores concluíram que o método de circulação por desidratação com circulação de ar forçado apresentou resultados com maior confiabilidade por obter menores índices de erro padrão, o que ocorreu provavelmente devido a maior facilidade na eliminação das moléculas de água pela circulação de ar forçado. Já neste trabalho os resultados obtidos empregando-se estufa convencional (EC) apresentaram praticamente o mesmo desvio padrão daquele onde se empregou a estufa com circulação de ar forçada (ECAF), indicando que o tipo de equipamento, neste caso não afetou significativamente a secagem do produto, nas temperaturas e tempos de análise e nas quantidades de amostra empregadas neste estudo.

Tabela 1 – Resultados médios das análises de extrato seco total (EST) para o doce de leite pastoso (n= 30).

	Silva et al.	Brasil – A	Brasil – B	Adolfo Lutz
EST (%)*	73,6906 ^a	73,7314 ^a	73,0627 ^a	73,7694 ^a
Desvio padrão	0,1102	0,1437	0,0592	0,2194
Coefficiente de variação (%)	0,1496	0,1949	0,0810	0,2974
Intervalo de variação (%)	72,9023	72,2677	71,5235	71,8494
	74,3187	76,5914	74,1683	74,4108

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

4 CONCLUSÃO

Todos os métodos empregados neste trabalho apresentaram alta precisão e repetibilidade na avaliação do extrato seco total em doce de leite pastoso. O método Brasil (2006-A) além de ser preconizado pela legislação brasileira para análise de sólidos totais em produtos lácteos apresentou maior facilidade de execução sendo, portanto o método sugerido para determinação de extrato seco total em doce de leite pastoso.

SUMMARY

Dulce de leche is a typical product from Latin America, produced and consumed in large scale in Brazil and Argentina. In Brazil the Dulce de leche production is done by many companies from handmade by large firms generating products with a large variation in quality especially in physical-chemical (moisture/total dry matter) and sensory characteristics (color, appearance, texture, taste). The moisture content and the total dry matter are determined through the evaporation of water of the product or loss of the moisture in suitable temperature and evaluation until constant weight. The objective of this study was to compare four methods for determining of total dry matter described by Silva et. al. (1997), Brasil (2006-A,B) and Adolfo Lutz (1985). No significant differences ($p>0,05$) were found between the average values of total dry matter by the methods employed. In accordance with the data obtained in the total dry matter analysis for Dulce de leche concluded that the used methods in this work had presented high precision and repeatability. The Brazil (2006- A) method in addition to being a method recommended by the Brazilian legislation for total solids analysis in milk products presented greater ease in the analysis execution being therefore the method suggested for determining the total dry matter in Dulce de leche.

Index terms: analysis, humidity, dulce de leche, total solid

5 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Secretaria de Defesa Agropecuária. Instrução Normativa nº 68, de 12 de dezembro de 2006. **Umidade e Voláteis e Sólidos – Método A e Método B**. 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=do?operacao=visualizar&id=1229>>. Acesso em: 01 agosto 2007.

CORDEIRO, M.; MORAES, S. C.; SILVESTRE, V.; SANTOS JUNIOR, G.; BOWLES, S. Comparação dos métodos de estufa convencional e com circulação de ar forçada para desidratação de amostras de doce de leite. In: V Semana de Tecnologia de Alimentos, Ponta Grossa, Universidade Tecnológica Federal do Paraná, v. 02, n. 01, 2007. Disponível em: < www.pg.cefetpr.br/setal/docs/artigos/2007/comparacao_metodos_estufa.pdf >. Acesso em: 23 mar. 2009.

FEHRMANN, A.C.; CICHOSKI, A.J.; REZENDE, D. F. Doce de leite (revisão). **Higiene Alimentar**, v.18, n.118, p.21-23, 2004.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. 484/IV Doce de Leite – Determinação de substâncias voláteis em estufa a vácuo. In: Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz - *Métodos físicos-químicos para análise de alimentos*, 4 ed., São Paulo:IMESP, 2005, p.

MACHADO, L.M.P. **Uso de soro de queijo e amido de milho modificado na qualidade do doce de leite pastoso**. 2005. 170p. Tese (Doutorado) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, UNICAMP, 2005.

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

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.