

The image features a collection of laboratory glassware. In the foreground, there are several test tubes and a round-bottom flask. One test tube on the left contains a bright pink liquid, while another in the center contains a blue liquid. A large round-bottom flask in the background is partially filled with a light blue liquid. The background is a solid blue color with a white geometric shape on the left side.

Carmen Lúcia Voigt
(Organizadora)

O Ensino de Química 3

 **Atena**
Editora

Ano 2019

Carmen Lúcia Voigt

(Organizadora)

O Ensino de Química 3

Atena Editora
2019

2019 by Atena Editora

Copyright © da Atena Editora

Editora Chefe: Profª Drª Antonella Carvalho de Oliveira

Diagramação e Edição de Arte: Lorena Prestes e Karine de Lima

Revisão: Os autores

Conselho Editorial

- Prof. Dr. Alan Mario Zuffo – Universidade Federal de Mato Grosso do Sul
Prof. Dr. Álvaro Augusto de Borba Barreto – Universidade Federal de Pelotas
Prof. Dr. Antonio Carlos Frasson – Universidade Tecnológica Federal do Paraná
Prof. Dr. Antonio Isidro-Filho – Universidade de Brasília
Profª Drª Cristina Gaio – Universidade de Lisboa
Prof. Dr. Constantino Ribeiro de Oliveira Junior – Universidade Estadual de Ponta Grossa
Profª Drª Daiane Garabeli Trojan – Universidade Norte do Paraná
Prof. Dr. Darllan Collins da Cunha e Silva – Universidade Estadual Paulista
Profª Drª Deusilene Souza Vieira Dall’Acqua – Universidade Federal de Rondônia
Prof. Dr. Eloi Rufato Junior – Universidade Tecnológica Federal do Paraná
Prof. Dr. Fábio Steiner – Universidade Estadual de Mato Grosso do Sul
Prof. Dr. Gianfábio Pimentel Franco – Universidade Federal de Santa Maria
Prof. Dr. Gilmei Fleck – Universidade Estadual do Oeste do Paraná
Profª Drª Girlene Santos de Souza – Universidade Federal do Recôncavo da Bahia
Profª Drª Ivone Goulart Lopes – Istituto Internazionele delle Figlie de Maria Ausiliatrice
Profª Drª Juliane Sant’Ana Bento – Universidade Federal do Rio Grande do Sul
Prof. Dr. Julio Candido de Meirelles Junior – Universidade Federal Fluminense
Prof. Dr. Jorge González Aguilera – Universidade Federal de Mato Grosso do Sul
Profª Drª Lina Maria Gonçalves – Universidade Federal do Tocantins
Profª Drª Natiéli Piovesan – Instituto Federal do Rio Grande do Norte
Profª Drª Paola Andressa Scortegagna – Universidade Estadual de Ponta Grossa
Profª Drª Raissa Rachel Salustriano da Silva Matos – Universidade Federal do Maranhão
Prof. Dr. Ronilson Freitas de Souza – Universidade do Estado do Pará
Prof. Dr. Takeshy Tachizawa – Faculdade de Campo Limpo Paulista
Prof. Dr. Urandi João Rodrigues Junior – Universidade Federal do Oeste do Pará
Prof. Dr. Valdemar Antonio Paffaro Junior – Universidade Federal de Alfenas
Profª Drª Vanessa Bordin Viera – Universidade Federal de Campina Grande
Profª Drª Vanessa Lima Gonçalves – Universidade Estadual de Ponta Grossa
Prof. Dr. Willian Douglas Guilherme – Universidade Federal do Tocantins

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP) (eDOC BRASIL, Belo Horizonte/MG)

E59 O ensino de química 3 [recurso eletrônico] / Organizadora Carmen Lúcia Voigt. – Ponta Grossa (PR): Atena Editora, 2019. – (O Ensino de Química; v. 3)

Formato: PDF

Requisitos de sistema: Adobe Acrobat Reader

Modo de acesso: World Wide Web

Inclui bibliografia

ISBN 978-85-7247-291-3

DOI 10.22533/at.ed.913192604

1. Química – Estudo e ensino. 2. Prática de ensino. 3. Professores de química – Formação I. Voigt, Carmen Lúcia. II. Série.

CDD 540.7

Elaborado por Maurício Amormino Júnior – CRB6/2422

O conteúdo dos artigos e seus dados em sua forma, correção e confiabilidade são de responsabilidade exclusiva dos autores.

2019

Permitido o download da obra e o compartilhamento desde que sejam atribuídos créditos aos autores, mas sem a possibilidade de alterá-la de nenhuma forma ou utilizá-la para fins comerciais.

www.atenaeditora.com.br

APRESENTAÇÃO

A qualidade de vida de um povo é decorrência das condições socioeconômicas de seu país que, por sua vez, estão intimamente ligadas à sua produção científica. A universidade tem um papel importante para a sociedade por se constituir, na grande maioria dos países, na instituição que oportuniza, por excelência, a busca do conhecimento, por meio do ensino, da pesquisa e da extensão. A pesquisa pode ser um excelente instrumento educativo na medida em que esta leva os alunos a vivenciarem o processo de conhecer e não apenas analisarem o produto desse processo.

Portanto, a educação superior tem por finalidade estimular a criação cultural e o desenvolvimento do espírito científico e do pensamento reflexivo; formar diplomados nas diferentes áreas de conhecimento, aptos para a inserção em setores profissionais e para a participação no desenvolvimento da sociedade brasileira, e colaborar na sua formação contínua; incentivar o trabalho de pesquisa e investigação científica, visando o desenvolvimento da ciência e da tecnologia e da criação e difusão da cultura, e, desse modo, desenvolver o entendimento do homem e do meio em que vive e promover a divulgação de conhecimentos culturais, científicos e técnicos que constituem patrimônio da humanidade e comunicar o saber através do ensino, de publicações ou de outras formas de comunicação.

Neste terceiro volume, apresentamos trabalhos com pesquisas em diversas áreas da química abrangendo quantificação, desenvolvimento, otimização e validação de novos métodos de análise. Com isso, convidamos você a ampliar seus conhecimentos referentes à pesquisa em química, fornecendo uma base teórica e instrumental para auxílio no conhecimento das abordagens diferenciadas desta ciência.

Carmen Lúcia Voigt

SUMÁRIO

CAPÍTULO 1	1
DESENVOLVIMENTO DE METODOLOGIA DE ANÁLISE-PARA QUANTIFICAÇÃO DO PRODUTO ÁCIDO FÓRMICO POR CROMATOGRAFIA GASOSA DA REAÇÃO DE GLICEROL CATALISADA POR COMPOSTOS DE NIÓBIO EM FLUXO	
Gabriela Santos Caldeira Poliane Chagas Tarsis Vinícius M Santos Stephanie Vertelo Porto Luiz Carlos de Oliveira Patterson Patrício de Souza	
DOI 10.22533/at.ed.9131926041	
CAPÍTULO 2	15
OTIMIZAÇÃO E VALIDAÇÃO DE METODOLOGIA PARA ANÁLISE DE SOLVENTES RESIDUAIS EM RADIOFÁRMACOS POR GC-FID	
Cassiano Lino dos Santos Costa Daleska Pereira Ramos Juliana Batista da Silva	
DOI 10.22533/at.ed.9131926042	
CAPÍTULO 3	30
ESTUDO DA UTILIZAÇÃO DE PADRÃO INTERNO PARA QUANTIFICAÇÃO DE GLICERINA E IDENTIFICAÇÃO DO CARBONATO DE GLICERINA COMO PRODUTO DA REAÇÃO DE GLICERINA COMERCIAL COM UREIA CATALISADA PELO POLÍMERO DE COORDENAÇÃO 2D ND-5SIS	
Gabriela Santos Caldeira Chris Hebert de Jesus Franco Stephanie Vertelo Porto Renata Diniz Patterson Patrício de Souza	
DOI 10.22533/at.ed.9131926043	
CAPÍTULO 4	46
COMPARAÇÃO DE MÉTODOS PARA DETERMINAÇÃO DE ÍONS CLORETOS EM AMOSTRAS DE LEITE PASTEURIZADO E UHT (“ULTRA HIGH TEMPERATURE”)	
Roberta Pereira Matos Cassiano Lino dos Santos Costa	
DOI 10.22533/at.ed.9131926044	
CAPÍTULO 5	59
ESTUDO SOBRE A OCORRÊNCIA DE <i>BLOWOUT</i> EM TAMPAS DE LATAS DE BEBIDAS CARBONATADAS	
Gabriely Fernanda Bataier Beatriz Maria Curtio Soares Sílvia Tondella Dantas	
DOI 10.22533/at.ed.9131926045	
CAPÍTULO 6	72
QUANTIFICAÇÃO E AVALIAÇÃO DA COMPOSIÇÃO INORGÂNICA DO MATERIAL PARTICULADO EM SUSPENSÃO DA CIDADE DE CATALÃO – GO	
Alêssa Gomes Siqueira Lincoln Lucilio Romualdo	

Marcus Vinicius de Oliveira Fernandes

Vanessa Nunes Alves

DOI 10.22533/at.ed.9131926046

CAPÍTULO 7 83

MONITORAMENTO DA QUALIDADE DA ÁGUA DOS BEBEDOUROS DO IFSC – CAMPUS FLORIANÓPOLIS, COM ÊNFASE NA DETERMINAÇÃO DE ALUMÍNIO

Berenice da Silva Junkes

Alexsander Rodrigo Vieira de Oliveira

Bruno Visnadi da Luz

Júlia Ana Brando Souza

DOI 10.22533/at.ed.9131926047

CAPÍTULO 8 97

AValiação DOS RENDIMENTOS DA CASCA DO CAULE DO *Croton Cajucara* BENTH

Alexandre Augusto Moraes de Souza

Cintya Cordovil Rodrigues

Davi do Socorro Barros Brasil

DOI 10.22533/at.ed.9131926048

CAPÍTULO 9 113

COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO HIDROLISADO BÁSICO DA CASCA DE CAFÉ

Roberta Oliveira Aguiar de Souza

Boutros Sarrouh

Enio Nazaré de Oliveira Júnior

Ana Maria de Oliveira

DOI 10.22533/at.ed.9131926049

CAPÍTULO 10 129

COMPOSIÇÃO EM ÁCIDOS GRAXOS E ANÁLISE DA INCORPORAÇÃO DE CAROTENOIDES POR UPLC- APCI MS/MS EM FILÉS DE TILÁPIA GIFT

Elaine C. Reis

Marília. Bellanda Galuch

Roberta da Silveira

Hevelyse Munise Celestino dos Santos

Cesar Sary

Thiago Ferreira dos Santos Magon

Ricardo Pereira Ribeiro

Jesuí V. Visentainer

Oscar O. Santos

DOI 10.22533/at.ed.91319260410

CAPÍTULO 11 144

DETERMINAÇÃO DE CÁDMIO, ALUMÍNIO E CHUMBO EM *MAYTENUS ILICIFOLIA* PARA USO MEDICINAL

Martha Campos de Castro

Fernanda Caspers Zimmer

Daiany Cristina Vitorassi Lovera

Makoto Matsushita

Nilson Evelázio de Souza

Angela Cláudia Rodrigues

DOI 10.22533/at.ed.91319260411

CAPÍTULO 12	148
DETERMINAÇÃO DE Mg E Zn EM ÓLEOS VEGETAIS POR FAAS APÓS DILUIÇÃO EM ISOPROPANOL	
Priscila Karachinski dos Reis Eduardo Sidinei Chaves	
DOI 10.22533/at.ed.91319260412	
CAPÍTULO 13	164
ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS COMPARATIVAS ENTRE BIODIESEIS DERIVADOS DE ÓLEOS VEGETAIS E UM DILUENTE ASFÁLTICO	
Sônia Maria de Freitas Almeida Alexandre Augusto Moraes de Souza Juliana Fonseca da Silva José de Arimatéia Rodrigues do Rêgo Silvana de Oliveira Silva Trindade Davi do Socorro Barros Brasil	
DOI 10.22533/at.ed.91319260413	
CAPÍTULO 14	172
REMOÇÃO DO CORANTE REATIVO VERMELHO 4B UTILIZANDO COMO BIOSORVENTE A BAINHA DO PALMITO PUPUNHA <i>IN NATURA</i> E MODIFICADO COM <i>Lentinula edodes</i>	
Aline Grahl	
DOI 10.22533/at.ed.91319260414	
SOBRE A ORGANIZADORA	186

COMPARAÇÃO DE MÉTODOS PARA DETERMINAÇÃO DE ÍONS CLORETOS EM AMOSTRAS DE LEITE PASTEURIZADO E UHT (“ULTRA HIGH TEMPERATURE”)

Roberta Pereira Matos

Instituto Federal do Norte de Minas Gerais –
campus Almenara

Almenara – Minas Gerais

Cassiano Lino dos Santos Costa

Centro de Desenvolvimento da Tecnologia
Nuclear

Belo Horizonte – Minas Gerais

RESUMO: Leite é um dos produtos mais importantes da agropecuária brasileira, desempenhando papel relevante no suprimento de alimentos e na geração de emprego e renda. O teor de cloreto (Cl) é um dos parâmetros de qualidade do produto, uma vez que tem relação com mastite subclínica, alimentação inadequada dos animais ou fraudes. Este trabalho objetiva utilizar conhecimentos de química para entender e comparar os métodos oficializados com o método condutimétrico proposto, para quantificação de Cl⁻ em leite. O método proposto apresentou maior confiabilidade, precisão de 1,47 e 1,50% para o leite pasteurizado e UHT, respectivamente; recuperações entre 87 a 99% para o leite pasteurizado e de 92 a 110% para UHT. O método oficial de Mohr é trabalhoso, demorado e mais suscetível a erros comparado ao condutimétrico. O método qualitativo é rápido e de fácil execução, mas os resultados nem sempre correspondem à faixa

de concentração indicada. Assim, o método condutimétrico mostrou-se como ótima opção para a determinação do teor de cloreto em leite. A realização desse tipo de análise em aulas de química é um recurso interessante, que pode contribuir para a formação de cidadãos mais críticos e bem informados, uma vez que aproxima conhecimentos de química aos fatos/situações do cotidiano.

PALAVRAS-CHAVE: Leite, Cloretos, Métodos Titulométricos, Ensino de Química.

ABSTRACT: Milk is one of the most important products in Brazilian agriculture, playing a relevant role in food supply and employment and income generation. Chloride content (Cl⁻) is one of the parameters of product quality, as it is related to subclinical mastitis, animals inadequate of or fraud. This work seeks to use chemical knowledge to understand and compare the official methods with the proposed conductimetric method, for Cl⁻ quantification in milk. The proposed method presented higher reliability, accuracy of 1.47 and 1.50% for pasteurized milk and UHT, respectively; recoveries ranging from 87 to 99% for pasteurized milk and from 92 to 110% for UHT. Mohr's official method is toilsome, time-consuming, and more susceptible to errors compared to the conductimetric. The qualitative method is fast and easy to perform, but the results do

not always correspond to the indicated concentration range. Thus, the conductimetric method was shown as an optimal option for the determination of chloride content in milk. The execution of this type of analysis in chemistry classes is an interesting resource that can contribute to the formation of more critical and well informed citizens, since it approaches chemistry knowledge to daily life facts / situations.

KEYWORDS: Milk, Chlorides, Titrimetric Methods, Chemistry Teaching.

1 | INTRODUÇÃO

Entende-se por leite o produto oriundo da ordenha completa e ininterrupta, em condições de higiene, de vacas sadias, bem alimentadas e descansadas (BRASIL, 2011). Segundo profissionais da área médica, tomar leite ajuda a melhorar o funcionamento do organismo e previne doenças como diabetes. Consumir leite também auxilia no combate à anemia e beneficia atletas, uma vez que o ingerindo após se exercitar pode ter efeitos positivos na regeneração e construção dos músculos, além de hidratar o corpo (CBQL, 2017).

O leite constitui um alimento básico na alimentação humana, especialmente para crianças, contribuindo com os nutrientes que essas requerem de maneira essencial para seu crescimento e desenvolvimento. É um dos alimentos considerados fonte de vitamina A, sendo muito apreciado e acessível à população, além de ser rico em proteínas e outros nutrientes. O leite é um dos produtos mais importantes da agropecuária brasileira e juntamente com seus derivados, desempenha papel relevante no suprimento de alimentos e na geração de emprego e renda para a população (SOARES, 2008).

A qualidade do leite é muito importante para as indústrias e produtores, tendo em vista sua grande influência nos hábitos de consumo e na produção de derivados. Por isso, é necessário conhecer alguns conceitos sobre a qualidade do leite, referentes à composição e condição higiênico-sanitária. Ao levar a sua matéria-prima a um centro processador ou industrial, o produtor tem o seu leite submetido a testes de avaliação, para verificar a sua qualidade. Análises são efetuadas, conforme as normas vigentes, visando garantir produtos com o menor risco possível à população (EMBRAPA, 2017).

Neste contexto, a garantia da qualidade do leite torna-se imprescindível na cadeia do agronegócio. A partir do ano de 1996, na Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária (EMBRAPA) – Gado de Leite, por iniciativa do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA), Comunidade Científica e Acadêmica, Setores Produtivo e Industrial de leite, deram início às discussões do Programa Nacional de Melhoria da Qualidade do Leite (PNQL), que teria a missão de promover a melhoria da qualidade do leite e garantir a segurança alimentar da população, assim como agregar valor aos produtos lácteos, evitar perdas e aumentar a competitividade em novos mercados. Um dos princípios do PNQL é a fiscalização para assegurar o atendimento a novos parâmetros de qualidade do leite. Essa fiscalização deve seguir

a atual Instrução Normativa N° 77, de 26 de novembro de 2018 (BRASIL, 2018).

A partir de uma iniciativa conjunta da Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), do Departamento de Proteção e Defesa do Consumidor (DPDC), do Ministério da Justiça e do MAPA, integraram-se ações dos órgãos envolvidos no controle de alimentos e fortaleceram-se as medidas de prevenção e combate aos desvios de qualidade, incluindo irregularidades e fraudes (CQUALI, 2017).

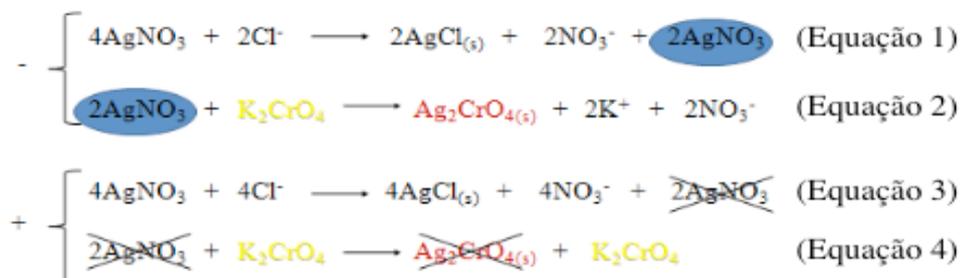
O monitoramento da qualidade do leite exposto ao consumo é realizado periodicamente e consiste em coletar amostras para realização de ensaios laboratoriais de parâmetros que indicam a qualidade do produto (FUNED, 2010). Dentre os parâmetros de qualidade do leite podemos citar, por exemplo, o teor de cloreto (Cl^-). Os íons Cl^- são transportados para o leite pelas células da glândula mamária a partir do sangue em condições normais. Porém, teor alto deste ânion indica algum problema. Teores de Cl^- acima do valor indicado tem relação com mastite subclínica ou alimentação inadequada dos animais (ADKINS & MIDDLETON, 2018). O teor de cloreto pode, ainda, evidenciar a ocorrência de fraudes por adição de sal e/ou água, além de poder descaracteriza o leite deixando-o com sabor salino (COOPER, 2017).

A mastite, ou mamite, é uma inflamação da glândula mamária que na maioria dos casos, é resultante da invasão de microrganismos patogênicos através do canal da mama do animal. Esta inflamação pode aumentar o transporte de cloreto para o leite, por esse motivo, se houver ocorrência de elevados teores de cloreto o melhor é procurar um médico-veterinário para iniciar uma investigação das possíveis causas do problema (COOPER, 2017).

A Instrução Normativa do MAPA N° 68, de 12 de dezembro de 2006, que foi recentemente revogada pela Instrução Normativa N° 30, de 26 de junho de 2018, oficializa os métodos analíticos físico-químicos para controle de leite e produtos lácteos. Essa legislação indica três métodos para determinação do teor de cloreto: método qualitativo, método quantitativo de Mohr e o método quantitativo potenciométrico (BRASIL, 2006). Os métodos quantitativos proporcionam resultados numéricos relacionados à quantidade do componente na amostra, enquanto que o método qualitativo gera informações sobre a identidade das espécies.

Neste último caso, não há interesse na quantidade exata de cloreto na amostra, mas apenas na sua presença ou ausência, ou se está ou não acima do teor permitido pela legislação. Estudos envolvendo análise qualitativa são importantes porque são utilizadas para separar e identificar as espécies químicas de maneira barata e rápida.

A determinação do teor de cloreto pelo método qualitativo fundamenta-se na reação de precipitação do nitrato de prata (AgNO_3) com os íons cloretos (Cl^-) em presença de cromato de potássio (K_2CrO_4) como indicador, de acordo com as seguintes equações químicas (BRASIL, 2006):



$$S_{\text{AgCl}} = 1,35 \times 10^{-5} \text{ mol.L}^{-1}$$

$$S_{\text{Ag}_2\text{CrO}_4} = 6,69 \times 10^{-5} \text{ mol.L}^{-1}$$

A primeira substância que precipita é o cloreto de prata (AgCl) por ter solubilidade (S) menor que o cromato de potássio (Ag₂CrO₄). Se ocorrer a reação indicada pela equação 2, o teste apresentará coloração alaranjada porque houve precipitação do cromato de potássio (Ag₂CrO₄). Isto evidencia a ocorrência de teor de cloreto dentro do limite aceitável, pois o excesso de nitrato de prata (AgNO₃), formado de acordo com a equação 1, reagiu com cromato de potássio (K₂CrO₄) formando um precipitado vermelho em um meio de coloração amarela resultando na coloração alaranjada, teste negativo. Caso contrário, se o teor de cloreto estiver acima do permitido, de acordo com as equações 3 e 4, não haverá nitrato de prata (AgNO₃) disponível para reagir com o cromato de potássio (K₂CrO₄) e, portanto, o meio continuará amarelo indicando resultado positivo (SKOOG, 2006).

O método quantitativo de Mohr para determinação de cloreto consiste na prática de titulações volumétricas que são amplamente utilizadas em química analítica para determinar ácidos, bases, oxidantes, redutores, íons metálicos, proteínas e muitas outras espécies (SKOOG, 2006).

O ponto de equivalência da reação também pode ser observado pela resposta de um instrumento durante a titulação (BRASIL, 2006). Neste caso, o procedimento não é simples, nem barato e tão pouco rápido como o qualitativo. As várias etapas que o compõe também o tornam mais passível de erros. Porém, os teores de cloreto são numericamente mensuráveis tornando os resultados mais plausíveis em tomadas de decisões.

Através da titulação potenciométrica o potencial de um eletrodo indicador é medido em função do volume do titulante. Obtêm-se um gráfico semelhante ao mostrado na Figura 1, onde pode ser estimado visualmente o ponto de inflexão na porção mais vertical da curva indicando-o como ponto de equivalência (SKOOG, 2006).

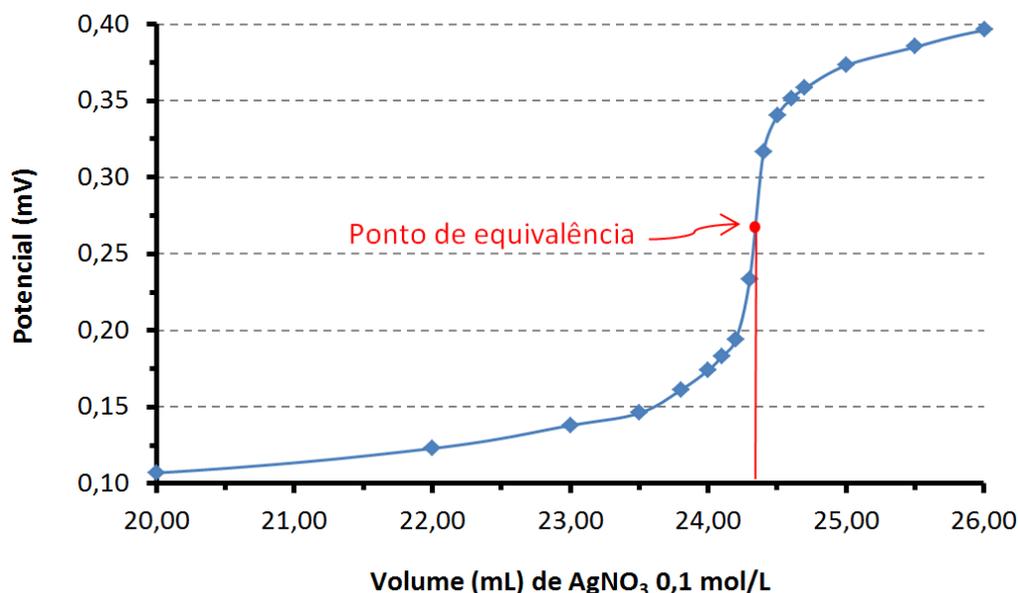
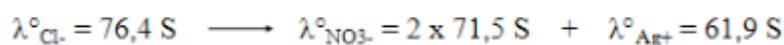
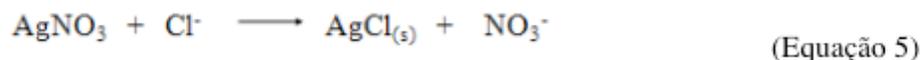


Figura 1. Gráfico típico da titulação potenciométrica de cloreto.

Em geral, através de métodos instrumentais os dados obtidos são mais confiáveis que aqueles gerados por titulações que empregam indicadores químicos. O método potenciométrico necessita de amostra preparada, isto traz os mesmos problemas descritos para o método quantitativo por Mohr dando a este método instrumental a desvantagem de consumir mais tempo que aquele envolvendo indicador. Com isso, o método potenciométrico não é utilizado dando lugar ao método clássico de titulação (SKOOG, 2006; BRASIL, 2006).

Sabendo-se que o íon cloreto é um condutor de corrente elétrica e que sua concentração na amostra está dentro da faixa indicada para a titulação condutimétrica, este método instrumental torna-se alternativo, pois é mais barato, rápido e simples para se medir a concentração de cloreto, baseando-se na condutividade eletrolítica deste íon. Esta propriedade refere-se à medida da capacidade de transporte de corrente elétrica de uma solução sob a influência de um campo elétrico (BARBEIRA, 2006).

A equação 5 mostra que, quando o cloreto reage com nitrato de prata, diminuindo sua concentração na forma de íon, forma-se um composto sólido e libera-se o íon nitrato que possui menor condutância específica (λ), dada em Siemens (S), que o cloreto e dessa forma a solução torna-se levemente menos condutora (Ver Figura 2, curva antes do ponto de equivalência à esquerda). Após o ponto de equivalência a solução tem um aumento de condutância substancial devido ao excesso do titulante na solução, isto é representado pela equação 6 e Figura 2, curva após o ponto de equivalência à direita (SKOOG, 2006).



Assim, a titulação condutimétrica é uma técnica baseada em medidas de condutividade de uma solução após cada adição da solução titulante. A Figura 2 mostra que o ponto de equivalência é assinalado por uma descontinuidade na curva de condutividade em função do volume do titulante (FORTES, 2002).

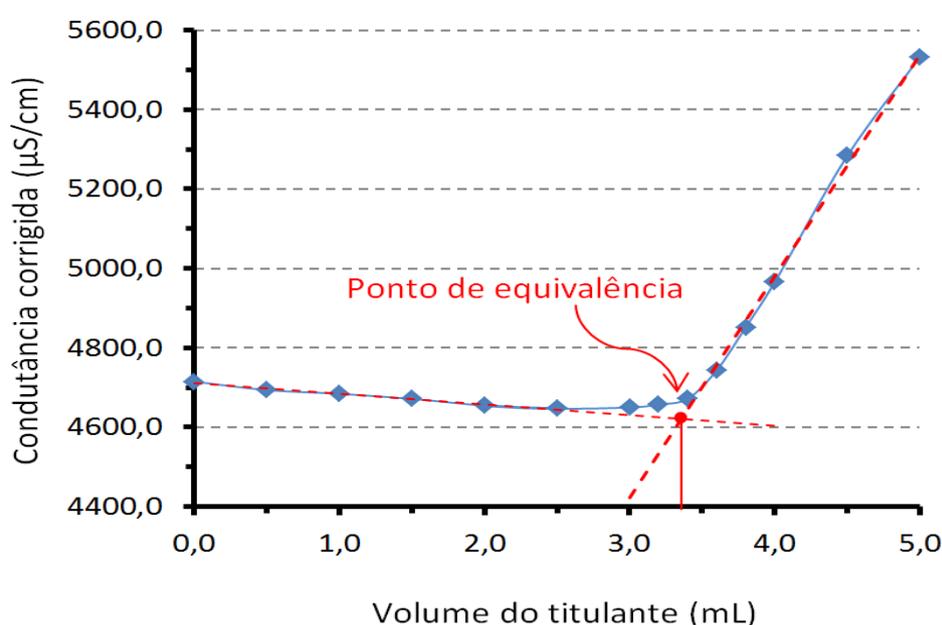


Figura 2. Determinação do ponto de equivalência pela titulação condutimétrica.

Para que os efeitos de diluição causados pela adição do titulante não sejam refletidos na curva de titulação, é recomendável que a concentração do reagente titulante seja cerca de 10 a 20 vezes superior à concentração da amostra. O efeito de diluição pode ser corrigido multiplicando a condutividade medida (k_{med}) pelo fator de diluição (BARBEIRA, 2006):

$$k_{corrigida} = \frac{k_{med} \cdot (V_i + V_t)}{V_i}$$

Onde:

V_i = volume da solução original (inicial)

V_t = volume total da solução titulante adicionado

Considerando a importância dessas análises de Cl^- para o controle da qualidade do leite, o presente trabalho tem como finalidade comparar os métodos qualitativo e quantitativo de Mohr, oficializados pela Instrução Normativa do MAPA, com um método proposto por titulação condutimétrica, para determinação de cloretos em amostras de leite.

2 | PARTE EXPERIMENTAL

Amostras

Foram utilizadas duas amostras de leite, uma de leite pasteurizado e outra UHT, obtidas no comércio da cidade de Belo Horizonte, Minas Gerais. As amostras foram fortificadas com solução padrão de Cl^- nas concentrações de 0,00; 0,02; 0,05; 0,07; 0,09; 0,12% (m/m); com triplicatas independentes em cada nível, totalizando 36 subamostras. Posteriormente estas subamostras foram submetidas à análise pelos três métodos.

Reagentes e Soluções

Utilizou-se para o preparo de soluções, produtos químicos de grau analítico e água obtida de um sistema Milli-Q. Cloreto de sódio (NaCl) P.A. e nitrato de prata (AgNO_3) P.A., Solução de cromato de potássio (K_2CrO_4) a 5% (m/v) e água oxigenada 30 volumes. A solução titulante de AgNO_3 0,1 e 0,6 mol/L foram padronizadas em triplicata, obtendo-se um fator de correção para corrigir a concentração teórica desejável no valor da concentração real obtida (SKOOG, 2006).

Aparatos

Pipetas graduadas de 1, 5 e 10 mL, Tubo de ensaio de 20 x 200 mm, microespátula, pinça metálica, balança analítica, mufla, placa aquecedora, bico de bunsen, dessecador, béquer de 100 e 250 mL, Bureta de 10 mL (com divisão de escala 1/10), erlenmeyer de 125 mL, pipetas graduadas de 1 e 5 mL, proveta de 50 mL, cadinho de porcelana, condutivímetro Digimed modelo DM-32 com célula de condutividade (DMC-010M) de constante igual a 1 cm^{-1} , agitador magnético, barra magnética e bastão de vidro.

METODOLOGIAS

1- Método Qualitativo de determinação de Cloretos

Em tubo de ensaio colocou-se 10,0 mL de leite, adicionou-se 0,5 mL de solução de cromato de potássio a 5% (m/v), 4,5 mL de solução de nitrato de prata 0,1 mol/L e agitou-se o sistema, conforme ilustrado na Figura 3. Observou-se a cor da solução e verificou-se a presença ou ausência de precipitado.

O resultado positivo apresenta coloração amarela que indica a presença de

cloretos em quantidades superiores à faixa aceitável (0,08 a 0,10%). O resultado negativo apresenta uma coloração laranja.

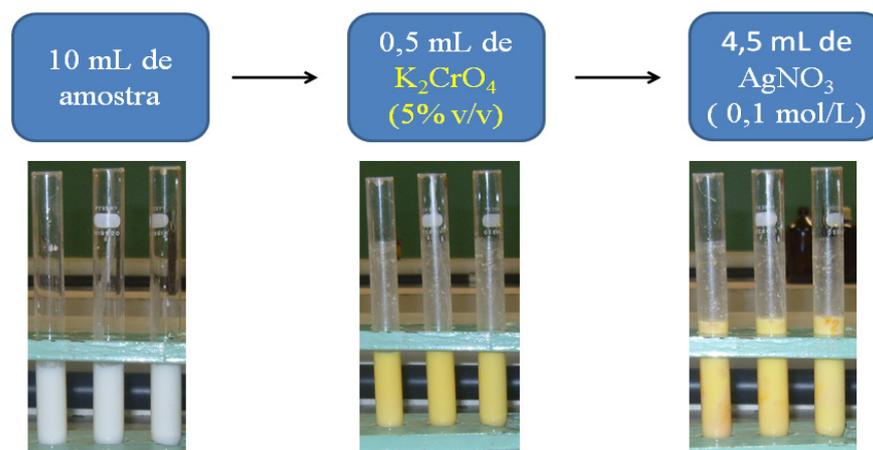


Figura 3. Esquema do método qualitativo de determinação de cloretos em Leite.

2- Método Quantitativo de Mohr para determinação de Cloretos

Em triplicata, tarou-se o cadinho de porcelana aquecendo-o em forno mufla a $550^{\circ}C$ durante 30 minutos. Em seguida deixou-se esfriar em dessecador. Pesou-se cerca de 5,0 g da amostra homogeneizada diretamente no cadinho utilizando uma balança analítica e secou-se a amostra em placa aquecedora.

Posteriormente, levou-se o conjunto ao bico de Bunsen até a carbonização completa e em seguida ao forno mufla a $550^{\circ}C$ no máximo, para evitar perda de cloretos. As amostras foram incineradas por 3 horas e colocadas em dessecador para esfriar. Não havendo clareamento das cinzas, adicionou-se de 2 a 3 gotas de água oxigenada, secando em placa aquecedora. Novamente, o cadinho foi levado ao forno mufla por tempo suficiente para clareamento das cinzas, que foi de aproximadamente 1 hora. Esfriaram-se as amostras em dessecador.

O resíduo foi transferido para erlenmeyer de 125 mL, utilizando cerca de 50 mL de água purificada morna. Adicionou-se 1,0 mL de solução de cromato de potássio (K_2CrO_4) a 5 % (m/v) e titulou-se com solução padronizada de nitrato de prata ($AgNO_3$) 0,1 mol/L, até coloração vermelho tijolo, conforme o esquema da Figura 4. O volume gasto foi registrado e com base na equação química balanceada (cálculos estequiométricos) fez-se o cálculo do teor de cloreto.

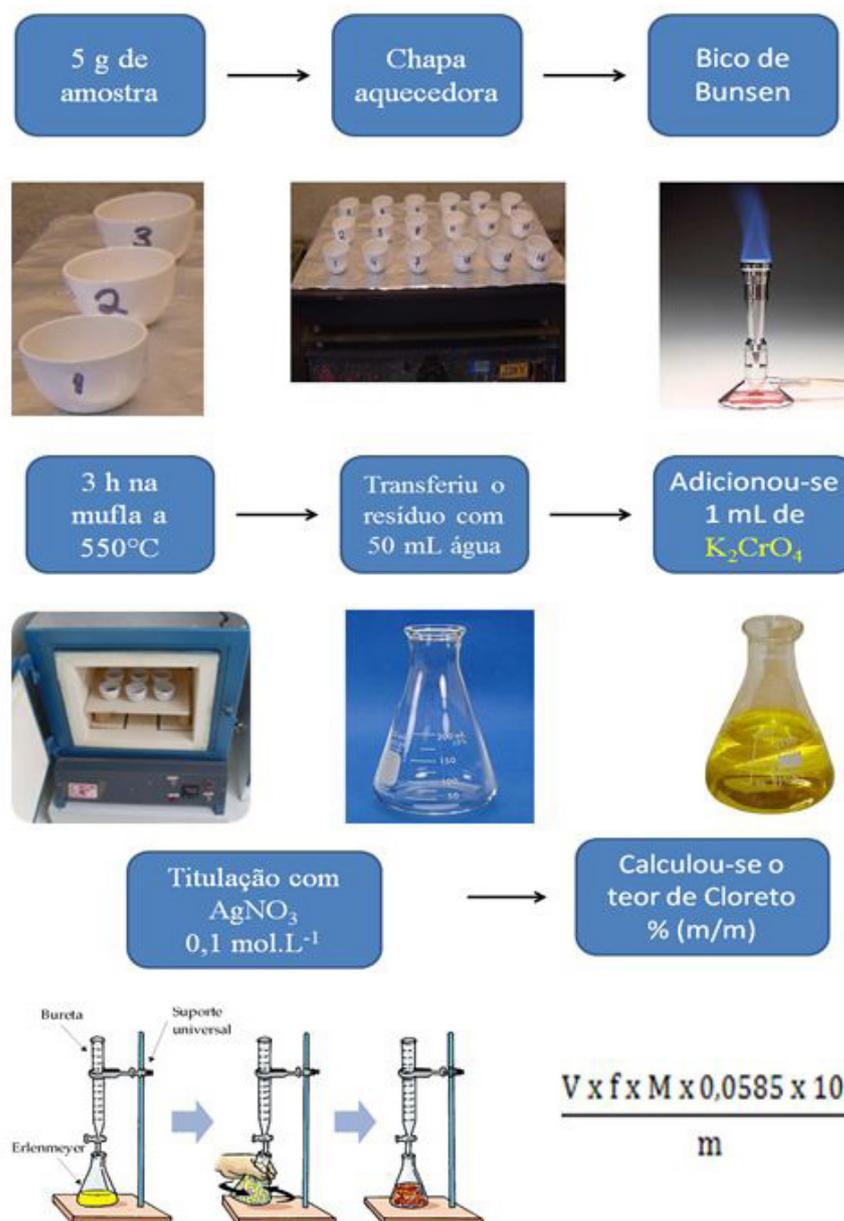


Figura 4. Esquema do método de Mohr para determinação de cloretos em Leite.

3- Método Quantitativo por Titulação Condutimétrica

Em triplicata, pesou-se cerca de 50 g de amostra em um béquer de 100 mL e acrescentou-se um bastão magnético. Montou-se a titulação colocando o béquer sobre o agitador e a célula condutométrica imersa na amostra. Ligou-se o agitador e a condutância inicial foi anotada após estabilização.

Procedeu-se a titulação adicionando incrementos de 0,5 mL do titulante nitrato de prata ($AgNO_3$ a 0,6 mol/L), anotando para cada volume adicionado a condutância da amostra após estabilização. Traçou-se o gráfico da condutância corrigida versus volume do titulante determinando as equações das retas antes e após a inflexão. Calculou-se o volume do ponto de equivalência e posteriormente o teor de cloreto com base na estequiometria da reação. A Figura 5 mostra um esquema desse método.



Figura 5. Esquema do método condutimétrico para determinação de cloretos em Leite.

3 | RESULTADO E DISCUSSÃO

Os resultados dos desempenhos dos três métodos utilizados na determinação do teor de cloreto nas amostras de leite pasteurizado e UHT fortificadas com NaCl encontram-se nas Tabelas 1 e 2.

Na análise qualitativa verificou-se que o método é rápido, de fácil execução, mas de difícil percepção. Os resultados são duvidosos, pois, a coloração apresentada nem sempre corresponde à faixa de concentração indicada.

As amostras de leite UHT fortificadas possuíam valor de concentração total de cloreto na faixa correspondente à coloração amarela (Figura 6b), no entanto, o ponto de menor concentração, que é da amostra com teor natural de cloreto, não apresentou coloração amarela sendo, portanto, um resultado duvidoso quanto ao uso deste procedimento para avaliação do teor de cloreto no leite. No caso do leite pasteurizado, o segundo ponto de concentração menor também não apresentou coloração amarela, indicando conter o teor próximo ao que correspondente à interface entre o resultado positivo e negativo, uma vez que o terceiro nível de concentração indicou resultado positivo.

Adição de Cl ⁻ % (m/m)	Método Qualitativo	Método Quantitativo de Mohr		Método Quantitativo Condutimétrico	
		Coefficiente de variação (CV%)	Recuperação (%)	Coefficiente de variação (CV%)	Recuperação (%)
0,00	Negativo	1,14	-	0,26	-
0,02	Negativo	1,74	69,13	1,19	86,63
0,05	Positivo	1,40	71,94	1,19	91,53
0,07	Positivo	2,20	74,23	0,90	95,90
0,09	Positivo	2,07	78,53	1,47	99,10
0,12	Positivo	2,31	81,40	0,39	97,63

Tabela 1. Desempenho dos métodos utilizados na determinação do teor de cloreto na amostra de leite pasteurizado fortificada com solução padrão de Cl⁻.

Adição de Cl ⁻ % (m/m)	Método Qualitativo	Método Quantitativo de Mohr		Método Quantitativo Condutimétrico	
		Coefficiente de variação (CV%)	Recuperação (%)	Coefficiente de variação (CV%)	Recuperação (%)
0,00	Negativo	2,65	-	1,50	-
0,02	Positivo	2,13	81,76	0,42	91,69
0,05	Positivo	3,09	78,14	1,26	103,53
0,07	Positivo	0,73	82,14	1,08	109,13
0,09	Positivo	0,50	85,26	0,77	110,20
0,12	Positivo	0,63	91,49	0,95	110,13

Tabela 2. Desempenho dos métodos na determinação do teor de cloreto na amostra de leite UHT fortificada com solução padrão de Cl⁻.

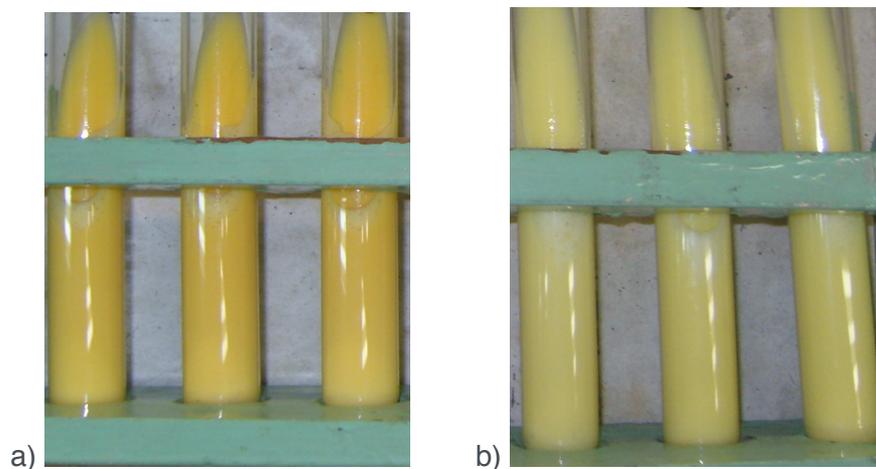


Figura 6. Resultado das análises qualitativas: a) negativo [Cl⁻ < 0,1 % (m/m)], cor laranja; b) positivo [Cl⁻ > 0,1 % (m/m)], cor amarela.

O método quantitativo de Mohr apresentou recuperação da quantidade de padrão de cloreto adicionado na amostra na faixa de 69,1 a 81,4% para o leite pasteurizado e de 81,8 a 91,5% para o leite UHT. Por esse método o teor na amostra foi de 0,109 % (m/m) de Cl⁻ no leite UHT e 0,105 % (m/m) de Cl⁻ no pasteurizado, que estão acima do permitido. O coeficiente angular da equação da reta da adição de padrão apresentou diferença próxima a 11% para estes dois tipos de leite, isto indica que as duas matrizes são bem próximas. O maior coeficiente de variação foi de 3,09% para o leite UHT e de 2,31% para o pasteurizado.

O método condutimétrico foi mais rápido e de fácil execução. O uso deste método minimiza os erros causados pelo operador, pois, o ponto de equivalência é determinado não pela visualização de cor do indicador e sim pelo intercepto das retas resultantes da condutância corrigida versus o volume do titulante adicionado (Figura 2). Sendo assim, na titulação condutimétrica o volume final da titulação é determinado utilizando várias observações sobre o mensurando, ao contrário do método de Mohr.

Utilizando-se este método alternativo, obteve-se recuperação da quantidade de padrão de cloreto adicionado na amostra na faixa de 86,6 a 99,1% para o leite

pasteurizado e de 92 a 110% para o leite UHT que são melhores que o obtido no método clássico. O teor de cloreto obtido nas amostras foi de 0,122% (m/m) no leite UHT e 0,117% (m/m) no leite pasteurizado, que estão acima do permitido, e cerca de 12% maiores que os valores obtidos pelo método de Mohr. Isto é coerente já que o método instrumental possui maior recuperação.

Os coeficientes angulares das equações da reta da adição de padrão apresentaram diferença próxima a 13% para estes dois tipos de leite, isto indica que as duas matrizes são bem próximas. As inclinações das retas de adição de padrão, obtidas pelo método instrumental, foram mais próximas do valor esperado de 1 em comparação ao método quantitativo de Mohr, isto é um indício que a titulação condutimétrica apresenta menor efeito de matriz.

O maior coeficiente de variação foi de 1,50% para o leite UHT e de 1,47% para o pasteurizado. O método alternativo apresenta maior exatidão e precisão para determinar cloreto em leite visto os melhores resultados de recuperação e de coeficiente de variação que este método apresentou.

Vale ressaltar que este estudo apresentou a comparação de métodos que fazem parte dos conteúdos ministrados nas aulas de química. Assim, pode-se sugerir a realização desse tipo de pesquisa de controle de qualidade de alimentos em aulas práticas de química. A prática pode ser um recurso interessante para facilitar o processo de ensino-aprendizagem, tornando as aulas mais atrativas uma vez que o conteúdo envolve fatos/situações do cotidiano. A partir dessas práticas de pesquisa, os discentes podem perceber a importância socioeconômica da química, e o docente poderá despertar um sentimento de pesquisador no discente, e proporcionar a formação de cidadãos mais críticos, que buscam novos conhecimentos, procedimentos e soluções para diversos problemas do dia a dia.

4 | CONSIDERAÇÕES FINAIS

Entre os métodos indicados pela legislação, o método qualitativo é rápido e de fácil execução, mas de difícil percepção podendo levar a erros nos resultados. O método quantitativo de Mohr é mais trabalhoso, demorado e mais passível de erros devido às várias etapas que o compõe. Este método apresentou maior efeito de matriz, menor precisão e resultados de concentração abaixo do valor real, visto o baixo valor de recuperação. O método proposto, a titulação condutimétrica, apresentou maior grau de confiabilidade, pois, os resultados de concentração obtidos se mostraram com baixo coeficiente de variação, recuperação próxima de 100% e com menor efeito de matriz, tornando-se uma ótima indicação para ser utilizado na determinação do teor de cloreto em amostras de leite em análises de rotina para controle de qualidade. Além disso, pode ser incluído nos roteiros das aulas práticas de química como método alternativo e/ou complementar, contribuindo, assim, para a contextualização do ensino de química.

REFERÊNCIAS

ADKINS, P. R. F.; MIDDLETON, J. R. Methods for Diagnosing Mastitis. **Veterinary Clinics of North America: Food Animal Practice**, v. 34, n. 3, p. 479–491, 1 nov. 2018.

BARBEIRA, P. J. S. **Química analítica instrumental F - Roteiros para as aulas práticas**, UFMG/ ICEX/DQ, Belo Horizonte - MG, 2006, 48p.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. **Instrução Normativa nº 68, de 12 de dezembro de 2006**. Oficializa os Métodos Analíticos Oficiais Físico-Químicos, para Controle de Leite e Produtos Lácteos, em conformidade com o anexo desta Instrução Normativa, determinando que sejam utilizados nos Laboratórios Nacionais Agropecuários. Diário Oficial da União, Brasília, DF, 14 dez. 2006.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. **Instrução Normativa nº 62, de 29 de dezembro de 2011**. Regulamento técnico de produção, identidade e qualidade do leite tipo A, regulamento técnico de identidade e qualidade de leite cru refrigerado, regulamento técnico de identidade e qualidade de leite pasteurizado e o regulamento técnico da coleta de leite cru refrigerado e seu transporte a granel. Diário Oficial da União, 30 dez. 2011. Seção 1.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. **Instrução Normativa nº 77, de 26 de novembro de 2018**. Estabelece os critérios e procedimentos para a produção, acondicionamento, conservação, transporte, seleção e recepção do leite cru em estabelecimentos registrados no serviço de inspeção oficial, na forma desta Instrução Normativa e do seu Anexo. Diário oficial da União, Brasília, DF, 30 nov. 2018. Seção 1.

CBQL. Conselho Brasileiro de Qualidade do Leite. **Consumo do Leite**. Disponível em: <<http://www.cbql.com.br/consumo-leite.php>>. Acesso em: 27 de fevereiro de 2017.

COOPER. Cooperativa de Laticínios de São José dos Campos. **Leite Cooper: sinônimo de qualidade**. Disponível em: <http://www.empresasvale.com.br/publish/pub.bak/ori_mar05.htm>. Acesso em: 27 de fevereiro de 2017.

CQUALI - Centro Integrado de Monitoramento da Qualidade dos Alimentos. **O que é o CQuali Leite?** Disponível em: <http://www.cquali.gov.br>. Acesso em: 27 de fevereiro de 2017.

EMBRAPA. Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária. **Criação de Gado Leiteiro na Zona Bragantina – Qualidade do Leite**. Disponível em: <<http://sistemasdeproducao.cnptia.embrapa.br/FontesHTML/Leite/GadoLeiteiroZonaBragantina/paginas/qualidade.htm>>. Acesso em: 27 de fevereiro de 2017.

FORTES, I. C. P.; DORABELLA, L. M. P. **Análise Instrumental**, Roteiros de Aulas Práticas, UFMG/ ICEX/DQ, Belo Horizonte - MG, 2002, 54p.

FUNED - FUNDAÇÃO EZEQUIEL DIAS - **Manual de Coleta de Amostras**. Belo Horizonte, MG, 14 de março 2018. Rev. 03. 58p.

SOARES, Fernanda Barros; SOUSA, Juliana Moraes de; DIMENSTEIN, Roberto. Avaliação da concentração de retinol em leite UHT (“Ultra High Temperature”) comercializado em Natal, Rio Grande do Norte. **Química Nova**, São Paulo, v. 31, n. 2, 2008.

SKOOG, Douglas A.; WEST, Donald M.; HOLLER, F. James; CROUCH, Satanley R. **Fundamentos de Química Analítica**, Tradução da 8ª Edição Norte-Americana por Marco Tadeu Grassi, Editora Thomson Learning, São Paulo-SP, 2006, 999p.

SOBRE A ORGANIZADORA

Carmen Lúcia Voigt - Doutora em Química na área de Química Analítica e Mestre em Ciência e Tecnologia de Alimentos pela Universidade Estadual de Ponta Grossa. Especialista em Química para a Educação Básica pela Universidade Estadual de Londrina. Graduada em Licenciatura em Química pela Universidade Estadual de Ponta Grossa. Experiência há mais de 10 anos na área de Educação com ênfase em avaliação de matérias-primas, técnicas analíticas, ensino de ciências e química e gestão ambiental. Das diferentes atividades desenvolvidas destaca-se uma atuação por resultado, como: supervisora de laboratórios na indústria de alimentos; professora de ensino médio; professora de ensino superior atuando em várias graduações; professora de pós-graduação *lato sensu*; palestrante; pesquisadora; avaliadora de artigos e projetos; revisora de revistas científicas; membro de bancas examinadoras de trabalhos de conclusão de cursos de graduação. Autora de artigos científicos. Atuou em laboratório multiusuário com utilização de técnicas avançadas de caracterização e identificação de amostras para pesquisa e pós-graduação em instituição estadual.

Agência Brasileira do ISBN
ISBN 978-85-7247-291-3

