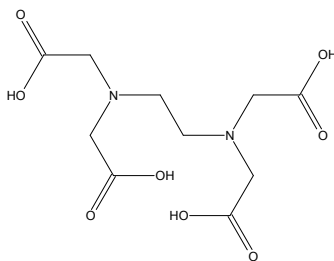
	<p><b>Componente Curricular:</b> Química dos Alimentos Prof. Barbosa e Prof. Daniel</p> <p><b>4º Módulo de Química</b> Procedimento de Prática Experimental</p>	<p><b>Competências:</b> Identificar as propriedades dos alimentos. Identificar procedimento de amostragem. Selecionar métodos de análises para alimentos</p>
---	---	--

## DETERMINAÇÃO DE CÁLCIO NO LEITE

### 1. INTRODUÇÃO

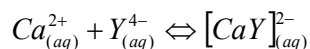
A análise de muitos cátions metálicos, incluindo o cátion cálcio,  $Ca^{2+}$ , pode ser feita através da formação de complexos estáveis e solúveis em água. Um agente complexante muito empregado para esse fim é o ácido etilenodiaminotetraacético (EDTA), representado por  $H_4Y$  (Figura 1):



**Figura 1** EDTA – Ácido Etilenodiaminotetraacético,  $H_4Y$ .

Em soluções aquosas, o EDTA dissocia-se produzindo quatro espécies aniônicas:  $H_3Y^-$ ,  $H_2Y^{2-}$ ,  $HY^{3-}$  e  $Y^{4-}$ . Em pH acima de 10 a predominância é da última forma aniônica do EDTA,  $Y^{4-}$ .


Mas um fato interessante relacionado às reações com EDTA é que sempre a proporção da reação é de 1:1, assim, poderemos equacionar a reação do cátion cálcio com EDTA, em pH acima de 10, conforme se observa na Equação 1, sendo o cálculo estequiométrico aplicado à reação bastante simples.



**Equação 1** Equação demonstrando a reação na proporção 1:1 do cátion cálcio com o EDTA em pH > 10.

### 2. PARTE EXPERIMENTAL

Todas as soluções empregadas nesta atividade prática foram preparadas com água destilada e reagente pA.

 <p>Escola Técnica Estadual <b>TIQUATIRA</b></p>	<p>Componente Curricular: Química dos Alimentos Prof. Barbosa e Prof. Daniel</p> <p>4º Módulo de Química Procedimento de Prática Experimental</p>	<p>Competências: Identificar as propriedades dos alimentos. Identificar procedimento de amostragem. Selecionar métodos de análises para alimentos</p>
---	---	---

Mediu-se as massas de seis amostras do leite em pó Integral Itambé® de aproximadamente 2,0 g em balança analítica eletrônica Ohaus com resolução de 0,1mg.

Transferiu-se quantitativamente cada uma das amostras de leite em pó para seis erlenmeyer de 250mL.

Dissolveu-se cada uma das amostras em aproximadamente 50mL de água destilada, evitando deixar qualquer quantidade de leite em pó aderido às paredes do erlenmeyer sem se dissolver, para evitar resultados incorretos nos resultados.


Adicionou-se 15mL de tampão pH 10,  $NH_3/NH_4Cl$ , comercial a cada conteúdo dos erlenmeyer.

Adicionou-se, na capela, com sistema de exaustão ligado, alguns poucos cristais de cianeto de potássio,  $KCN$ , a cada conteúdo dos erlenmeyer, para mascarar alguns íons que poderiam bloquear o indicador, tais como  $Zn^{2+}$ ,  $Cu^{2+}$  e  $Fe^{3+}$ .

Adicionou-se 20 gotas de solução  $Mg - EDTA$  ao conteúdo de cada um dos erlenmeyer.

A solução  $Mg - EDTA$  foi preparada previamente com 37,22 g de EDTA dissolvidos em 500 mL de água destilada com acréscimo posterior de 24,56 g de sulfato de magnésio heptaidratado,  $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ , sob agitação até dissolução completa. À solução resultante, adicionou-se 4 gotas de fenolftaleína. Depois, gotejou-se, lentamente, solução de hidróxido de sódio 3 mol/L, previamente preparada, até coloração levemente rosada. Dilui-se essa solução para 1 L, empregando-se água destilada.

Ao conteúdo de cada um dos erlenmeyer adicionou-se uma mínima quantidade do indicador Ério-T, preparados previamente na forma de uma mistura sólida e homogênea a 1% em cloreto de sódio,  $NaCl$ , seco (1 g de Ério-T em 99 g de  $NaCl$  sólido).

 <p>Escola Técnica Estadual <b>TIQUATIRA</b></p>	<p><b>Componente Curricular:</b> Química dos Alimentos Prof. Barbosa e Prof. Daniel</p> <p>4º Módulo de Química Procedimento de Prática Experimental</p>	<p><b>Competências:</b> Identificar as propriedades dos alimentos. Identificar procedimento de amostragem. Selecionar métodos de análises para alimentos</p>
---	--	--

Titulou-se os conteúdos de cada um dos erlenmeyer com solução EDTA 0,02 mol/L, previamente preparada, até o aparecimento da cor azul.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os valores medidos das massas de leite em pó integral Itambé®, até miligrama, estão apresentados na tabela 1.

**Tabela 1** Massas das amostras de leite em pó integral Itambé® empregadas nas análises de cálcio

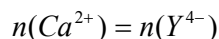
Amostras	Massas de leite em pó integral Itambé®/g
1	2,108
2	2,021
3	2,346
4	2,164
5	2,135
6	2,038

Os volumes gastos de EDTA 0,02 mol/L na titulação de cada uma das amostras acima estão anotados na Tabela 2.


**Tabela 2** Volumes do titulante EDTA 0,02 mol/L gastos na titulação das amostras de leite em pó integral Itambé®.

Amostras	Volumes de EDTA 0,02 mol/L gastos na titulação/mL
1	31,3
2	29,2
3	30,8
4	31,7
5	31,7
6	28,7

Como a proporção estequiométrica apresentada na Equação 1 é de 1:1, temos que:



**Equação 2** Proporção estequiométrica 1:1 entre o cátion cálcio e o EDTA.  $n$  representa a quantidade de matéria, em mol, dos participantes da reação.

 <p>Escola Técnica Estadual <b>TIQUATIRA</b></p>	<p><b>Componente Curricular:</b> Química dos Alimentos Prof. Barbosa e Prof. Daniel</p> <p>4º Módulo de Química Procedimento de Prática Experimental</p>	<p><b>Competências:</b> Identificar as propriedades dos alimentos. Identificar procedimento de amostragem. Selecionar métodos de análises para alimentos</p>
---	--	--

Conhecemos a concentração mol/L do EDTA, bem como do seu volume gasto na titulação das amostras de leite em pó (Tabela 2). Assim, podemos substituir  $n(Y^{4-})$  da Equação 2 por  $C(Y^{4-}) \times V(Y^{4-})$ , sendo  $C$  a concentração mol/L do EDTA e  $V$  o volume gasto de EDTA na titulação das amostras. Para o cálcio, podemos substituir  $n(Ca^{2+})$  pela relação  $\frac{m(Ca^{2+})}{M(Ca^{2+})}$ , onde  $m$  equivale à massa de cálcio que reagiu com o EDTA titulante e  $M$  a massa molar do cálcio. Essas alterações na Equação 2 nos fornecem a Equação 3.


$$\frac{m(Ca^{2+})}{M(Ca^{2+})} = C(Y^{4-}) \times V(Y^{4-}) \Rightarrow m(Ca^{2+}) = M(Ca^{2+}) \times C(Y^{4-}) \times V(Y^{4-})$$

**Equação 3** Equação que fornecerá a massa de cálcio existente na amostra de leite em pó.  $m$  é a massa em gramas,  $M$  a massa molar,  $C$  a concentração mol/L e  $V$  o volume gasto do titulante na titulação da amostra.

Com os dados das Tabelas 1 e 2 e da Equação 3, construímos a Tabela 3, expressando as massas, em microgramas, de cálcio nas amostras de leite em pó, bem como das concentrações em ppm de cada uma das análises.

**Tabela 3** Resultados dos cálculos da concentração em ppm de cálcio no leite em pó integral Itambé®.

Amostras	Massas de leite em pó integral Itambé®/g $m(\text{Leite})$	Volumes de EDTA 0,02 mol/L gastos na titulação/mL $V(Y^{4-})$	Massas de cálcio nas amostras de leite em pó integral Itambé®/µg $m(Ca^{2+}) = M(Ca^{2+}) \times C(Y^{4-}) \times V(Y^{4-}) \Rightarrow$ $m(Ca^{2+}) = 40,078 \text{ g.mol}^{-1} \times 20 \cdot 10^{-3} \text{ mol.L}^{-1} \times V(Y^{4-})$	Concentração em ppm de cálcio no leite em pó integral Itambé® $C(\text{ppm}) = \frac{m(Ca^{2+})}{m(\text{Leite})}$
1	2,108	31,3	25.089	11.900
2	2,021	29,2	23.406	11.580
3	2,346	30,8	24.688	10.520
4	2,164	31,7	25.409	11.740
5	2,135	31,7	25.409	11.900
6	2,038	28,7	23.005	11.290
<p>Concentração em ppm de cálcio no leite em pó integral Itambé®</p> $\overline{C(\text{ppm})} = \frac{\sum C(\text{ppm})}{6}$				11.490

 <p>Escola Técnica Estadual <b>TIQUATIRA</b></p>	<p><b>Componente Curricular:</b> Química dos Alimentos Prof. Barbosa e Prof. Daniel</p> <p>4º Módulo de Química Procedimento de Prática Experimental</p>	<p><b>Competências:</b> Identificar as propriedades dos alimentos. Identificar procedimento de amostragem. Selecionar métodos de análises para alimentos</p>
---	--	--

No rótulo do leite em pó integral Itambé® é informada uma massa de 920,0 mg de cálcio para cada 100 g de leite em pó. Isso equivale a  $9.200 \mu\text{gCa}^{2+} / \text{g Leite em pó}$ .

Considerando o valor do rótulo como verdadeiro teremos um erro relativo de 24,89%: