

# LEITE: CÁLCULO DE SÓLIDOS TOTAIS EM FORNO DE MICROONDAS. INFLUÊNCIA DA POTÊNCIA, TEMPO DE EXPOSIÇÃO E LOCALIZAÇÃO DA AMOSTRA.

**Microwave oven method for determining total solids in milk.  
Influence of power, exposure time and sample position.**

Carmen Cecilia Tadini<sup>\*</sup>, Fabiana Curi<sup>\*\*</sup> & Alessandra Moyses Cardoso<sup>\*\*</sup>

Na tentativa de se pagar leite sobre base de teor de gordura e conteúdo de sólidos totais não gordurosos, os laticínios na plataforma de recepção de leite determinam o teor de gordura e peso específico. Através do calculador Ackermann, o resíduo seco é determinado e, por diferença chega-se ao valor desejado do conteúdo de sólidos totais não gordurosos. Isto porque o método convencional de determinação de sólidos totais designado pelo AOAC, 1990, apesar de fornecer resultados muito precisos depende, no mínimo, um procedimento de quatro horas. Torna-se claro que uma análise rápida para sólidos totais em leite é necessária na indústria. No presente trabalho, foi realizado um estudo da influência da localização da amostra no prato do forno microondas e da potência e tempo de exposição da energia microondas aplicada sobre a amostra, na determinação de sólidos totais em leite fluido, cujos resultados foram comparados aos encontrados pelo AOAC, 1990. Os resultados obtidos, analisados estatisticamente, indicaram que a localização da amostra no prato não exerce influência significativa, enquanto que determinadas combinações entre potência e tempo de exposição forneceram resultados compatíveis aos obtidos através do método AOAC.

palavras-chaves: microondas, sólidos totais, leite

## 1 - INTRODUÇÃO

A indústria americana laticinista tem considerado o método de determinação de sólidos totais em microondas como um potencial método rápido para uso no pagamento de leite e na padronização dos produtos lácteos (PARK & QUEEN, 1980). Secagem de queijo por microondas permite uma determinação rápida do conteúdo de umidade em 2,25 minutos (PIEPER et al, 1977).

Microondas são ondas eletromagnéticas, similares às ondas de rádio, luz e calor. Especificamente o comprimento de onda da energia de microondas deve estar entre 1 m e 1 nm (nanômetro). As frequências autorizadas e mais utilizadas são 915 MHz ( $\lambda = 32,8$  cm) e 2450 MHz ( $\lambda = 12,24$  cm) (CHEFTEL & CHEFTEL, 1983).

Quando a energia de microondas é aplicada à câmara de trabalho, o campo eletromagnético efetivamente muda de direção 915 milhões ou 2450 milhões de vezes/segundo, conforme a frequência do equipamento gerador. As moléculas que constituem a amostra ou material sendo tratado tentam mudar de posição de modo a acompanhar cada mudança de polaridade no campo elétrico. O atrito intermolecular entre estas moléculas oscilando sobre seus próprios eixos produz calor dentro e através da amostra. Então, o material aquecido pela energia de microondas não aquece de dentro para fora, contrariamente à crença popular, mas ao invés disto é aquecido uniformemente. O fato do material ser aquecido desta maneira não somente torna possível uma análise rápida de laboratório, mas também reduz sensivelmente erros empíricos introduzidos pela preparação da amostra necessária em métodos convencionais. O tempo requerido para aquecer uma amostra depende somente de como o aquecimento é feito e do peso da própria amostra (CHEFTEL & CHEFTEL, 1983 e PIEPER et al, 1977).

---

\* Professora Doutora da Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia Química. Área de concentração: Engenharia de Alimentos Caixa Postal 61548. CEP : 05424-970. São Paulo SP. Brasil.. E - mail: catadini@usp.br

\*\* Aluna de graduação do curso de Engenharia Química

No presente trabalho foi estudada a influência da localização da amostra no prato do forno de microondas e a influência da potência e tempo de exposição na determinação do conteúdo de sólidos totais para leite fluido utilizando um forno de microondas convencional cujos resultados sejam compatíveis com aqueles obtidos pelo método AOAC.

## 2 - MATERIAIS E MÉTODOS

### 2.1 MATERIAIS

- Forno microondas marca Panasonic, modelo NE 7775 B, potência útil máxima 700 W, 120V, 60 Hz, 6,8 A.; frequência de operação 2450 MHz.
- Balança analítica marca Chyo, modelo JK200, precisão 0.0001g, 220 V, 60 Hz
- Papel de fibra de vidro próprio para filtro absoluto
- Leite tipo B, adquirido no comércio, dentro do prazo de validade.

### 2.2 MÉTODOS

**Projeto fatorial:** constituído de três variáveis independentes a dois níveis, 2, cuja resposta ou variável dependente foi conteúdo de sólidos totais em:

- |                                    |                  |   |
|------------------------------------|------------------|---|
| • potência:                        | alta (700 W)     | + |
|                                    | baixa (360 W)    | - |
| • tempo de exposição:              | alto (9.0 min)   | + |
|                                    | baixo (4.5 min)  | - |
| • localização da amostra no prato: | extremo do prato | + |
|                                    | centro do prato  | - |

#### Parte experimental:

- Análise de sólidos totais pelo método AOAC: conforme descrito em 925.23 de 15<sup>a</sup> ed., 1990.
- Análise de sólidos totais pelo método microondas:  
Cerca de 3g da amostra de leite eram pesadas em um de dois papéis fibra de vidro cortados em forma de disco com diâmetro de 7 cm, previamente tarados. A amostra era gotejada por toda a superfície do papel, de modo a não deixar acumular leite em algumas partes do papel. O segundo papel cobria o primeiro e o “sanduíche” assim formado era colocado no microondas nas condições determinadas de forma randômica pelo projeto fatorial. Imediatamente após a exposição da amostra a energia de microondas o “sanduíche” era colocado em dessecador por 4 minutos e, então pesado. Em seguida a amostra era submetida novamente a exposição por 1 minuto, colocada por um minuto em dessecador e pesada.

Entre as determinações esperava-se o tempo necessário para que o interior do microondas estivesse completamente frio.

As amostras utilizadas na determinação de sólidos totais foram as mesmas tanto no método da A.O.A.C. como no método do forno microondas.

## 3 - RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados obtidos na experiência estão apresentados nas Tabelas 1 e 2, conforme o método utilizado na determinação de sólidos totais.

**TABELA 1** : Resultados obtidos na análise de sólidos totais através do método microondas.

Ensaio	Potência	Tempo	Local	% S.T.	%S.T.	%S.T.	% S.T.
06	-	-	-	40,61	20,95	-	-
04	+	-	-	12,24	12,30	12,49	12,60
01	-	+	-	13,00	13,62	-	-
05	+	+	-	11,88	12,17	12,44	12,47
08	-	-	+	18,05	20,76	-	-
07	+	-	+	12,77	12,31	-	-
02	-	+	+	12,21	13,67	-	-
03	+	+	+	11,90	12,21	-	-

**TABELA 2**: Resultados obtidos na análise de sólidos totais através do método AOAC

Ensaio	% S.T.
6	12,06
4	12,05
8	11,97
1	12,03
5	11,99
5	12,02
3	12,05
4, 7	12,02
4, 7	12,25
5, 2	12,13
5	12,21
4	12,27
5	12,26
4	12,62

A partir dos dados obtidos na matriz de resultados da análise de % S.T. pelo método microondas, foi aplicada a análise de variância “two-way” para verificar a influência das variáveis potência, tempo e localização da amostra no prato sobre a resposta medida. Esta análise está apresentada no Quadro 1 abaixo e indica que a variável local não exerceu influência significativa, ao nível de 5%, sobre o teor de sólidos totais no leite ( BOX et al, 1978 ).

**QUADRO 1:** Análise de variância para sólidos totais do leite determinados pelo método de microondas.

Causa da variação	Soma dos Quadrados	Graus de Liberdade	Quadrado Médio	Razão F	Valor de P
Potência	189,682	1	189,682	5,30	0,0401
Tempo	152,091	1	152,091	4,25	0,0617
Local	32,747	1	32,747	0,91	0,3679
Resíduo	429,858	12	35,8215		
Total ( corrigido )	804,377	15			

A partir dos resultados mostrados no Quadro 1 foi feita uma segunda análise de variância “two-way” onde foram considerados os valores médios para a variável local, cujos parâmetros estão apresentados no Quadro 2. Esta análise indica que não houve diferença significativa entre os resultados de sólidos totais em leite pelas variáveis potência e tempo de exposição nos níveis utilizados.

**QUADRO 2:** Análise de variância para sólidos totais determinados pelo método de microondas considerando os valores médios para a variável local.

Causa da variação	Soma dos Quadrados	Graus de Liberdade	Quadrado Médio	Razão F	Valor de P
Potência	94,8065	1	94,8065	3,59	0,1168
Tempo	76,0145	1	76,0145	2,88	0,1507
Resíduo	132,14	5	26,428		
Total ( corrigido )	302,961	7			

Ao analisarmos os dados do Quadro 2, verificamos que o valor da razão F para ambas variáveis é pequeno devido a soma dos quadrados do resíduo ser um valor alto. Em função disso, foi feita uma análise comparativa entre médias do dois métodos empregados. O Quadro 3 abaixo indica os resultados estatísticos encontrados na análise comparativa entre os dados obtidos pelo método microondas com os seus respectivos dados obtidos pelo método AOAC. Para esta comparação foram considerados os dados obtidos pelo método microondas nas seguintes condições:

- potência alta - tempo baixo - local extremo + - +
- potência alta - tempo baixo - local centro + - -
- potência alta - tempo alto - local extremo + + +
- potência alta - tempo alto - local centro + + -

**QUADRO 3:** Análise comparativa entre médias obtidas na determinação de % S. T. pelos métodos microondas e AOAC

Método	Amostragem	Média	Variância	Desvio Padrão	Mínimo	Máximo	Soma
Micro	11	12,2736	0,0532055	0,230663	11,88	12,6	135,01
AOAC	11	12,2027	0,0280818	0,167576	12,01	12,62	134,23

Causa da variação	Soma dos Quadrados	Graus de Liberdade	Quadrado Médio	Razão F	Valor de P
Entre métodos	0,11357	1	0,11357	2,82	0,1065
Dentro do método	0,92569	23	0,04025		
Total ( corrigido )	1,03926	24			

A partir da análise de variância apresentada no Quadro 3, foi feita uma análise de regressão com o auxílio do programa STATGRAPHICS PLUS for WINDOWS (versão 1.4a I ) para microcomputadores IBM/PC compatíveis.

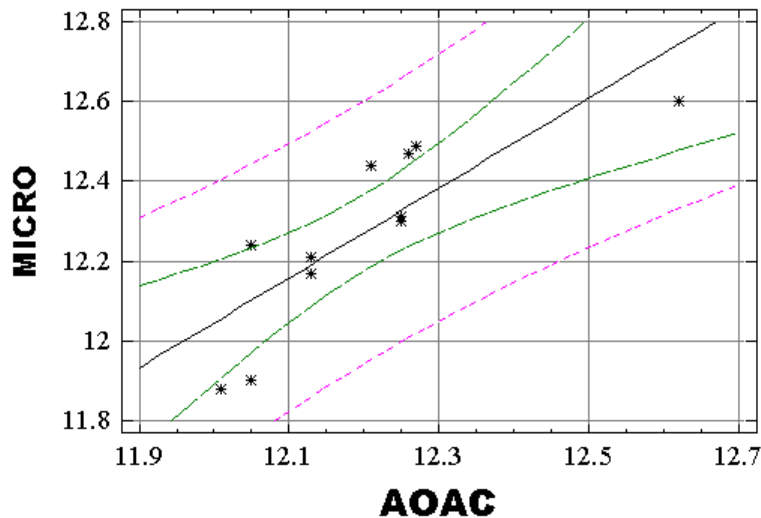
O Quadro 4 abaixo indica o resultado obtido na análise de regressão, onde mostra o ajuste apropriado para o modelo linear:  $Y = a + b * X$ .

**QUADRO 4:** Análise de Regressão, modelo linear obtida entre os resultados de sólidos totais em leite obtidos na análise do AOAC e os obtidos na análise do microondas.

Variável dependente Y: MICRO					
Variável independente X: AOAC					
Parâmetro	Estimativa	Erro padrão	Estatística T	Valor de P	
Coefficiente linear	- 1,47488	3,21665	- 0,45851	0,6575	
Coefficiente angular	1,12668	0,26358	4,27454	0,0021	
Causa da variação	Soma dos Quadrados	Graus de Liberdade	Quadrado Médio	Razão F	Valor de P
Modelo	0,35647	1	0,35647	18,27	0,0021
Resíduo	0,17559	9	0,01951		
Total ( corrigido )	0,53206	10			
Coefficiente de Correlação = 0,818528					
Erro Padrão da estimativa = 0,139676					

A Figura 1 a seguir apresenta a curva representativa do modelo ajustado pela análise de regressão para sólidos totais considerando como variável independente o dado obtido na análise do método AOAC e como variável dependente o dado obtido na análise do microondas. A equação da reta formada apresentada na Figura  $Y = ( - 1,47 + 1,13 X ) \pm 0,14$  indica que os dados experimentais obtidos estão dentro dos limites previstos pelo modelo.

## Modelo Ajustado para Sólidos Totais



**FIGURA 1:** Modelo ajustado para sólidos totais em leite obtido pela análise de regressão a partir de dados experimentais determinados pelo método AOAC considerado como variável independente e dados experimentais determinados pelo método MICROONDAS considerado como variável dependente ( Equação da reta:  $Y = ( - 1,47 + 1,13 X ) \pm 0,14$  ).

## 4 - CONCLUSÃO

Diante dos resultados apresentados no quadro 1, nota-se que a localização da amostra no prato não influenciou significativamente os resultados da experiência. No entanto, os valores obtidos no microondas com a potência de 360 W e tempo de exposição de 9 min ou de 4.5 min forneceram valores um pouco distantes do método da A.O.A.C.. Isto leva a crer que é necessário submeter a amostra a uma dada potência com diferentes tempos de exposição e analisar estatisticamente os resultados para encontrar as combinações do método MICROONDAS compatíveis com os resultados correspondentes determinados no método AOAC.

A partir da análise de regressão de determinadas combinações de potência e tempo de exposição chegou-se a um modelo de ajuste, no caso um modelo linear, que pode ser de grande auxílio para determinação rápida de sólidos totais. Esta metodologia poderá ser uma valiosa contribuição para uso em plataformas de recepção de leite em indústrias de laticínios.

## 5 - ABSTRACT

For milk payment to dairy farmers based on the fat and total nonfat content, the dairy processors determine milk fat and specific weight, when crude milk arrives in the industry. Through Ackermann calculation method the solids content is found out and by subtraction the desired value of total nonfat solids is obtained. That is because although the conventional method of determination of total solids designed by AOAC 1990, gives very accurate results, it requires at least a four-hour procedure. Evidently a rapid analysis of total solids in milk is needed by the industry. In this paper, the influence of sample position on the microwave plate and power and exposure time of microwave energy over the sample was studied in determining of milk total solids, those results were compared with the ones measured by AOAC method. The results obtained, by statistical analysis, showed that position of the sample on the plate was not significant, at 5% level, while certain combinations of power and exposure time provided compatible results with the ones obtained by AOAC method.

key - words: microwave, total solids, milk

## 6 - AGRADECIMENTOS

À VECO do Brasil Ind. e Com. de Equipamentos Ltda.

## 7 - BIBLIOGRAFIA

ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. Official methods of analysis. 15 ed. Arlington, 1990.

BOX, G. E. et al Statistics for experimenters: an introduction to design, data analysis, and model building. New York, 1978.

CHEFTEL, J-C et al Introducción a la bioquímica y tecnología de los alimentos. Zaragoza. 1983, v II.

GREEN, W. C. & PARK, K. K. Comparison of AOAC, microwave and vacuum oven methods for determining total solids in milk. Journal of food protection, v 43., n.10, p. 782-3, october 1980.

PIEPER, H. et al Microwave technique for rapid determination of moisture in cheese. Journal of AOAC, v. 60, n. 6, p. 1392-6, 1977.