

Índice de neutralização dos ácidos gordos	—, —
Índice de saponificação	—, —
Índice de éster	—, —
Índices respeitantes aos ácidos gordos inferiores:	
Índice de Reichert-Meissl	—, —
Índice de Polenske	—, —
Índice de ácido butírico	—, —
Índice de A	—, —
Índice de B	—, —
Índices respeitantes às duplas ligações livres:	
Índice de iodo	—, —
Índice de sulfocianogénio	—, —
Índice de polibrometos	—, —
Índices respeitantes aos oxidrilos:	
Índice de óxidrilo	—, —
Métodos para a separação e doseamento de ácidos gordos:	
Ácidos gordos totais	—
Peso molecular médio	—
Ácidos gordos sólidos insolúveis na água	—
Ácidos gordos saturados	—
Ácidos gordos fluidos	—
Índice de iodo interno	—, —
Ácidos gordos insaturados	—
Ácido oleico	—
Ácido linoleico	—
Oxiácidos gordos (índice de oxiácidos)	—, —

Ministério da Economia, 10 de Outubro de 1951.—
Pelo Ministro da Economia, *Domingos Rosado Victoria Pires*, Subsecretário de Estado da Agricultura.

Portaria n.º 13:699

Tendo a Comissão Técnica dos Métodos Químico-Analíticos proposto a aprovação dos Métodos especiais para a análise da manteiga e bases de apreciação fiscal, visto o disposto no artigo 2.º do Decreto-Lei n.º 37:630, de 24 de Novembro de 1949: manda o Governo da República Portuguesa, pelo Ministro da Economia, aprovar os Métodos especiais para análise da manteiga e as bases de apreciação fiscal, que baixam assinados pelo mesmo Ministro.

Ministério da Economia, 10 de Outubro de 1951.—
Pelo Ministro da Economia, *Domingos Rosado Victoria Pires*, Subsecretário de Estado da Agricultura.

V

Métodos especiais para análise da manteiga

Os presentes métodos especiais incluem apenas as determinações que, dado o seu emprego restrito à manteiga, não foram descritas nos Métodos gerais (Portarias n.ºs 10:134, de 9 de Julho de 1942, e 13:698, de 10 de Outubro de 1951).

Índice	Pará- grafos
Manteiga	1
Colheita e conservação das amostras	2
Preparação das amostras para análise	3
Homogeneização	4
Separação da gordura	5
Exame organoléptico:	
Aspecto	6
Cor	7
Aroma	8
Sabor	9

Água:	Pará- grafos
Determinação por perda de peso a 105°	10
Substância seca isenta de gordura	11
Doseamento	12
Gordura:	
Método directo	13
Método indirecto	14
Lactose	15
Método ponderal de Munsen e Walker para a determinação de açúcares redutores:	
Soluções necessárias	16
Determinação	17
Caseína	18
Método de Kjeldahl para determinação do azoto orgânico	19
Cinza	20
Clorétos	21
Acidez	22
Investigação de óleos hidrogenados:	
Investigação do ácido iso-oleico	23

Manteiga

1. Dá-se o nome de manteiga ao produto butiroso extraído do leite de vaca, ou da respectiva nata ou de ambos.

Os produtos idênticos provenientes do leite de outros animais designam-se pela palavra «manteiga» seguida sempre da indicação da espécie de animal de cujo leite foram extraídos, como, por exemplo, «manteiga de ovelha».

Colheita e conservação das amostras

2. Seguem-se as regras indicadas nos Métodos gerais (I, 1 a 3), tendo em consideração que nunca se deverá liquefazer o produto.

As amostras definitivas devem ser constituídas, pelo menos, por 250 gramas do produto e embaladas em frascos de vidro perfeitamente incolor.

Preparação das amostras para análise

3. Consoante as determinações a efectuar, a preparação prévia das amostras para análise consta apenas de homogeneização para as determinações respeitantes a:

Água;
Substância seca isenta de gordura;
Gordura;
Lactose;
Caseína;
Cinza;
Clorétos;
Acidez;

e separação da gordura para as determinações respeitantes a:

Características físicas da gordura e características químicas da gordura.

Homogeneização

4. Sem abrir o recipiente que contém a amostra, provoca-se o aquecimento gradual desta a banho de água mantida a 39°, agitando intermitentemente até a manteiga se tornar fluida. A fluidez óptima reconhece-se facilmente quando a manteiga, mantendo a emulsão, se move livremente no recipiente.

Retira-se do banho e agita-se enérgicamente até a manteiga adquirir consistência semilíquida e homogénea.

Não devem empregar-se meios artificiais para provocar o arrefecimento.

As pesagens para a análise fazem-se imediatamente.

Separação da gordura

5. Provoca-se o desemulsão da manteiga homogeneizada mergulhando o recipiente que a contém num banho de água à temperatura de 50°, decanta-se a camada de gordura fundida, agita-se demoradamente com sulfato de sódio anidro, aplicado em excesso, e filtra-se a uma temperatura não superior a 50°.

Exame organoléptico

Aspecto

6. Antes da homogeneização (veja-se 4) observa-se a amostra de manteiga no sentido de verificar se possui impurezas, bem como se apresenta aspecto homogêneo e textura normal.

A presença de manchas escuras pode ser proveniente de bolores e outros organismos que se devem procurar identificar pelo exame microscópico.

Cor

7. Após a homogeneização (veja-se 4) observa-se a cor da manteiga. Esta pode ser amarelada, com maior ou menor intensidade, branca e anormal.

Aroma

8. Após a homogeneização (veja-se 4) observa-se o aroma da manteiga. Este pode ser *sui generis*, mais ou menos intenso, extinto e anormal.

No último caso deve procurar-se distinguir a sua origem.

Sabor

9. Após a homogeneização (veja-se 4) observa-se o sabor da manteiga. Este pode ser *sui generis*, mais ou menos intenso, extinto e anormal.

No último caso deve procurar-se distinguir as suas origens, tais como os sabores a ranço, picante, amargo, a sebo, áspero, a banha, a óleo, ácido, metálico, etc.

Esta prova deve ser realizada em objecto que não forneça ao paladar qualquer sabor acessório. Recomendam-se colheres de vidro, porcelana, osso, e nunca de metal ou madeira.

Nota. — O aroma e o sabor devem ser observados numa prova efectuada sobre a manteiga à temperatura do ambiente e noutra efectuada a quente (38°).

Água

Determinação por perda de peso a 105°

10. Numa cápsula de níquel com cerca de 20 gramas de pedra-pomes finamente fragmentada, calcinada e seca, pesam-se cerca de 5 gramas de manteiga homogeneizada. Coloca-se numa estufa de Soxhlet mantida à temperatura de 100°, retira-se passados trinta minutos, deixa-se arrefecer num exsiccador e pesa-se.

Procede-se sucessivamente de igual modo até obtenção de um peso igual ou maior que o imediatamente anterior.

Sendo:

p = peso da cápsula mais pedra-pomes, após secagem;

P = peso da cápsula mais pedra-pomes, mais manteiga;

P' = o menor peso da cápsula mais pedra-pomes, mais manteiga, após as sucessivas secagens;

a perda de peso em 100 gramas de manteiga é:

$$\text{perda de peso, por cento} = \frac{100 (P - P')}{P - p}$$

Substância seca isenta de gordura

11. Por substância seca isenta de gordura numa manteiga entende-se o conjunto de substâncias nela contidas insolúveis no éter do petróleo e fixas à temperatura de 105°.

Doseamento

12. Num cadinho de vidro seco e tarado de fundo filtrante com estreita porosidade (40 a 15 microns de

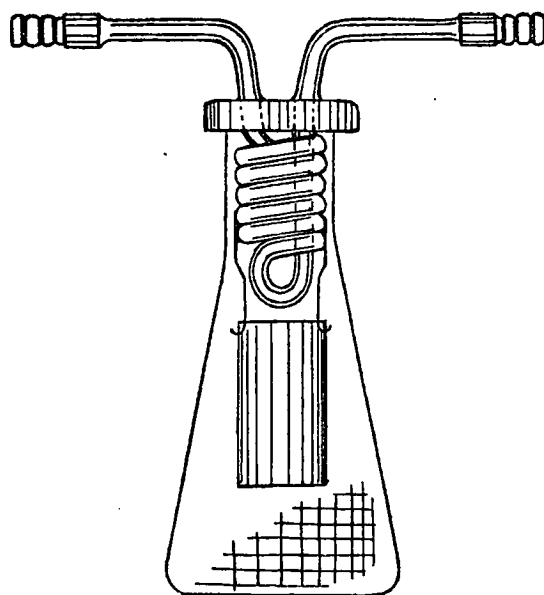


Fig. 1

diâmetro dos poros) pesam-se cerca de 5 gramas de manteiga homogeneizada e secam-se numa estufa a 105°, durante uma hora, tendo o cuidado de colocar o cadinho sobre uma cápsula. Coloca-se o cadinho num dispositivo de extração de gordura com lavagem contínua, como o de Haanen e Badum (fig. 1), promove-se o desengorduramento por extração com éter do petróleo com pontos de ebulição de 40°-60°, seca-se à temperatura de 105° e pesa-se.

Sendo:

p = peso do cadinho seco;

p' = peso do cadinho mais manteiga;

p'' = peso do cadinho mais resíduo após desengorduramento e secagem;

a substância seca isenta de gordura em 100 gramas da amostra é:

$$\text{Substância seca isenta de gordura \%} = \frac{100 (p'' - p)}{p' - p}$$

Quando não se disponha dum dispositivo de extração de gordura como o de Haanen e Badum, pode proceder-se do seguinte modo:

Em cápsula de porcelana de 40 a 50 c. c. de capacidade pesam-se cerca de 5 gramas de manteiga homogeneizada, secam-se numa estufa à temperatura de 105°, durante uma hora, tratam-se com éter do petróleo com pontos de ebulição de 40°-60° e filtram-se por filtro seco e tarado, ou duplo equilibrado, promovendo-se o desengorduramento deste por lavagem cuidadosa com éter do petróleo. Seca-se à temperatura de 105° e pesa-se. O aumento de peso é ocasionado pela substância seca isenta de gordura na quantidade de manteiga pesada.

Gordura

Método directo

13. Numa cápsula de porcelana, ou de vidro, com cerca de 20 gramas de pedra-pomes finamente fragmentada, calcinada e seca, ou cerca de 20 gramas de areia isenta de carbonatos e também calcinada e seca, pesam-se 10 gramas de manteiga homogeneizada.

Seca-se tudo numa estufa à temperatura de 100°, adiciona-se um pouco de sulfato de sódio anidro e transfere-se o conteúdo da cápsula, empregando areia, para um cartucho de papel de filtro.

Seca-se e tara-se o balão dum extractor de Soxhlet, introduz-se o cartucho na respectiva alonga, monta-se o condensador e extrai-se a gordura pelo éter do petróleo com pontos de ebulição de 40°-60° durante doze horas ou mais.

Destila-se a maior parte do éter, imerge-se quase inteiramente o balão, em posição oblíqua, num banho-maria (a) em franca ebulição e deixam-se evaporar os restos de dissolvente, insuflando ar de quando em quando. Coloca-se o balão, em posição horizontal, numa estufa à temperatura de 100°, secando-se por períodos de trinta minutos, até obtenção duma pesagem igual ou superior à imediatamente anterior.

Sendo:

p = peso do balão;

p' = peso do balão mais gordura, obtido na penúltima pesagem;

a percentagem de gordura é:

$$\text{Gordura } \% = 10 (p' - p).$$

Método indirecto

14. A percentagem de gordura pode ser também determinada por diferença.

Sendo:

a = perda de peso por cento e

s = substância seca isenta de gordura, por cento;

a gordura é:

$$\text{Gordura } \% = 100 - (a + s).$$

Lactose

15. Pesam-se 50 gramas de manteiga homogeneizada, num copo com cerca de 150 c. c. de capacidade, e transferem-se quantitativamente para um funil de separação, lavando o copo com água quente.

Agita-se enérgicamente o funil de separação, deixando-se depois em repouso. Aguarda-se a separação da camada aquosa, que se recolhe num balão aferido com 250 c. c. de capacidade.

Trata-se a camada gorda, no funil de separação, repetidas vezes com um pequeno volume de água quente, agitando enérgicamente de cada vez e esgotando a água, após separação, para o balão aferido de 250 c. c. de capacidade.

Suspendem-se as lavagens quando se atinge no balão aferido um volume de cerca de 200 c. c. de líquido. Deixa-se arrefecer e adicionam-se 4 c. c. de solução *N* de hidróxido de sódio, 10 c. c. da solução de sulfato de cobre para determinação de açúcares redutores pelo método Munsen e Walker e 20 c. c. de solução saturada

de fluoreto de sódio. Completa-se o volume com água destilada, homogeneiza-se e filtra-se.

Em 50 c. c. do filtrado determina-se a lactose pelo método ponderal de determinação de açúcares redutores de Munsen e Walker.

Método ponderal de Munsen e Walker
para a determinação de açúcares redutores

Soluções necessárias

16. a) *Solução de sulfato de cobre*. — Num balão aferido com 500 c. c. de capacidade dissolvem-se em água destilada 34,639 gramas de sulfato de cobre cristalizado, quimicamente puro. Adicionam-se 0,5 c. c. de ácido sulfúrico de densidade igual a 1,84 e preenche-se o volume do balão com água destilada.

b) *Solução alcalina tartárica*. — Num balão aferido com 500 c. c. de capacidade dissolvem-se 176 gramas de sal de Seignette quimicamente puro e 50 gramas de hidróxido de sódio isento de carbonato, em água destilada, preenchendo-se com esta o volume do balão. Deixa-se em repouso durante dois dias e filtra-se através de amianto.

Determinação

17. Para um copo de vidro com cerca de 400 c. c. de capacidade e forma alta medem-se 25 c. c. da solução de sulfato de cobre, 25 c. c. da solução alcalina tartárica e 50 c. c. do filtrado para determinação da lactose. O volume total perfaz 100 c. c.

Coloca-se o copo, coberto com um vidro de relógio, sobre uma rede com círculo de amianto e aquece-se de modo a que o líquido entre em ebulição ao fim de quatro minutos. A ebulição mantém-se durante dois minutos.

Para o aquecimento, cuja duração total é, portanto, de seis minutos, não se deve aumentar ou diminuir a chama do bico de Bunsen. Este deve ser regulado previamente, procedendo a ensaios com copos com cerca de 400 c. c. de capacidade e forma alta, contendo 100 c. c. de água e tapados com vidro de relógio.

Terminada a ebulição, deixa-se repousar e filtra-se o líquido ainda quente, com auxílio de trompa, através dum cadinho seco e tarado, com fundo filtrante de estreita porosidade (15 a 5 microns de diâmetro dos poros).

Lava-se o copo e o precipitado de óxido cuproso, no cadinho, com água quente a 60°, em seguida com 10 c. c. de álcool e, finalmente, com 10 c. c. de éter etílico.

Seca-se o cadinho numa estufa à temperatura de 100°, durante trinta minutos, arrefece-se num exsiccador e pesa-se.

Sendo:

p = peso do cadinho;

p' = peso do cadinho mais óxido cuproso;

procura-se numa tabela de Munsen e Walker o peso de lactose correspondente ao peso de óxido cuproso $p' - p$ expresso em miligramas; se for l o valor encontrado, expresso em miligramas, a percentagem de lactose na manteiga é:

$$\text{Lactose } \% = \frac{l}{100}$$

Caseína

18. Num copo com cerca de 50 c. c. de capacidade pesam-se 5 gramas de manteiga homogeneizada, tratam-se com 10 a 15 c. c. de éter do petróleo com pontos de ebulição de 40°-60° e filtram-se por filtro aquecido.

Lavam-se o copo e o filtro com éter do petróleo com pontos de ebulição de 40°-60° até eliminar a gordura

(a) Deve utilizar-se, de preferência, um banho-maria com aquecimento por energia eléctrica, ou então um banho-maria a que se tenha retirado a chama.

e introduz-se o filtro contendo o resíduo num balão de Kjeldhal com cerca de 250 c. c. de capacidade.

Determina-se em seguida o azoto orgânico pelo método de Kjeldhal.

Método de Kjeldhal para a determinação do azoto orgânico

19. No balão de Kjeldhal em que foi introduzido o filtro com o resíduo adicionam-se 1 grama de mercúrio e 25 c. c. de ácido sulfúrico concentrado.

Aquece-se sobre bico de Bunsen, primeiramente a fogo brando e depois fortemente, até o líquido se apresentar incolor.

Transvasa-se o líquido para um matraz de vidro com cerca de 2:000 c. c. de capacidade, lavando com água até cerca de 500 c. c. Neutraliza-se o meio com solução aquosa de hidróxido de sódio a 330 gramas por 1:000 c. c., depois adicionam-se 20 c. c. duma solução aquosa de sulfureto de sódio a 20 gramas por 100 c. c., alguns fragmentos de pedra-pomes e alcaliniza-se por fim o meio com um ligeiro excesso da solução de hidróxido de sódio.

Adiciona-se água até perfazer um volume de cerca de 1:000 c. c., liga-se o balão a um dispositivo de destilação como o de Aubin e destila-se o amoníaco formado durante três quartos de hora, recolhendo-o em 20 c. c. de solução N/10 de ácido sulfúrico contidos num frasco de Erlenmeyer com cerca de 1:000 c. c. de capacidade.

Titula-se o excesso de ácido com solução aquosa N/10 de hidróxido de sódio, utilizando o vermelho de metilo como indicador.

Sendo n o número de centímetros cúbicos de solução N/10 de hidróxido de sódio utilizados na titulação, a percentagem de caseína na manteiga é:

$$\text{Caseína } \% = 0,179 (20 - n)$$

Cinza

20. Determina-se a cinza segundo os Métodos gerais (veja-se 16), a partir de 5 gramas de manteiga homogeneizada.

Cloretos

21. Determinam-se os cloretos por qualquer dos processos indicados nos Métodos gerais (veja-se 40) e exprimem-se os resultados em NaCl.

Em ambos os métodos parte-se de 5 gramas de manteiga homogeneizada. No segundo método (caso b) substitui-se o éter etílico estreme por uma mistura dissolvente constituída em partes iguais por éter sulfúrico e álcool etílico a 95° e neutralizada em presença de fenoltaleína por uma solução alcalina N/10. É conveniente adicionar à solução aquosa, a titular pela solução N/10 de nitrato de prata, uma gota de ácido nítrico concentrada e assegurar depois a sua neutralidade com carbonato de cálcio, em excesso.

Acidez

22. Seguem-se os Métodos gerais (veja-se 33), operando com cerca de 5 gramas de manteiga homogeneizada. A acidez exprime-se em centímetros cúbicos de solução alcalina normal por 100 gramas de amostra.

Investigação de óleos hidrogenados

Investigação do ácido iso-oleico

23. A partir da gordura da manteiga obtêm-se os ácidos gordos sólidos insolúveis na água por intermédio do método de Twitchell (veja-se Métodos gerais, 127) ou pelo método de Baughman e Jamieson (veja-se Métodos ge-

rais, 128) e determina-se o seu índice de iodo (veja-se Métodos gerais, 93 a 96). Quando este índice de iodo for superior a 10, a manteiga contém óleos hidrogenados.

Bases para a apreciação da manteiga

Os limites e as bases para a apreciação da manteiga são:

I. Exame organoléptico

(Vejam-se Métodos especiais para análise, 6 a 9)

É apenas considerada aceitável para consumo a manteiga com caracteres organolépticos normais.

II. Substâncias não gordas

Água (veja-se Métodos especiais para análise, 10). — É considerada imprópria para consumo e falsificada a manteiga contendo mais de 18 por cento de água e avariada a que possua mais de 15 por cento até 18 por cento (a).

Substância seca isenta de gordura (veja-se Métodos especiais para análise, 12). — É considerada imprópria para consumo e falsificada a manteiga contendo mais de 8 por cento de substância seca isenta de gordura.

Gordura (veja-se Métodos especiais para análise, 13 ou 14). — É considerada imprópria para consumo e falsificada a manteiga contendo menos de 74 por cento de gordura e avariada a que possua entre 74 e 77 por cento.

Lactose (veja-se Métodos especiais para análise, 15, 16 e 17). — É considerada avariada e inaceitável para consumo a manteiga possuindo mais de 1 por cento de lactose.

Caseína (veja-se Métodos especiais para análise, 18 e 19). — É considerada avariada e inaceitável para consumo a manteiga possuindo mais de 1,2 por cento de caseína.

Cinza (veja-se Métodos especiais para análise, 20). — É considerada avariada e inaceitável para consumo a manteiga possuindo mais de 1 por cento de cinza após subtração da percentagem de cloretos expressos em cloreto de sódio.

Cloretos expressos em cloreto de sódio (veja-se Métodos especiais para análise, 21). — É considerada falsificada e imprópria para consumo a manteiga possuindo mais de 8 por cento de cloretos expressos em cloreto de sódio (b).

Substâncias corantes estranhas (veja-se Métodos gerais, 29). — É considerada falsificada e inaceitável para consumo a manteiga revelando corantes derivados da hulha (c).

III. Insaponificável

Na manteiga não falsificada com óleos minerais ou certas gorduras estranhas o insaponificável, determinado pelo método de Honig e Spitz modificado (veja-se Métodos gerais, 24), não excede 0,7 por cento da gordura.

IV. Alterações

Acidez (veja-se Métodos especiais, 22). — É considerada avariada e imprópria para consumo a manteiga com acidez superior a 10, expressa em c. c. de solução normal por 100 gramas.

(a) A título provisório admite-se a tolerância de 1 por cento para as manteigas açorianas de origem garantida.

(b) Segundo o despacho ministerial de 23 de Dezembro de 1944 dado à Junta Nacional dos Produtos Pecuários, denomina-se manteiga meio-sal a que contiver menos de 2,5 por cento de cloretos expressos em cloreto de sódio.

(c) Veja-se Decreto n.º 35:818, de 20 de Agosto de 1946.

Ranço cetónico (vejam-se Métodos gerais, 34 e 35) e *ranço por auto-oxidação* (vejam-se Métodos gerais, 36 e 37). — É considerada avariada e imprópria para consumo a manteiga em que se identifique organolèpticamente e quimicamente ranço cetónico ou ranço por auto-oxidação.

V. Substâncias conservantes

(Vejam-se Métodos gerais, 38 a 56)

A manteiga contendo substâncias conservantes, além do sal das cozinhas, considera-se falsificada e imprópria para consumo.

VI. Características físicas da gordura

Densidade (vejam-se Métodos gerais, 62). — Varia, a 20° C, entre 0,939 e 0,922.

Ponto de fusão (vejam-se Métodos gerais, 63 a 65). — O ponto de fusão determinado pelo método da Wizöff (vejam-se Métodos gerais, 65) varia entre 38° C e 32° C. Pontos de fusão da gordura da manteiga fora destes limites fazem presumir uma adulteração com gorduras estranhas.

Ponto de solidificação (vejam-se Métodos gerais, 69). — Varia entre 30° C e 18° C. Pontos de solidificação da gordura de manteiga fora destes limites fazem presumir uma adulteração com gorduras estranhas.

Índice de refração (vejam-se Métodos gerais, 73). — É variável, a 40° C, entre 1,4559 e 1,4525 (desvios no butiro-refractómetro Wollay, 45 e 40). Índices de refração da gordura de manteiga fora destes limites fazem presumir uma adulteração com gorduras estranhas.

VII. Características químicas da gordura

Índice de saponificação (vejam-se Métodos gerais, 81 a 83). — Varia entre 237 e 218. Valores fora destes li-

mites fazem presumir uma falsificação com gorduras estranhas. A falsificação não deixa dúvidas em face de valores superiores a 240 ou inferiores a 210.

Índice de Reichert-Meissl e de Polenske (vejam-se Métodos gerais, 86 e 87). — Na gordura de manteiga o índice de Reichert-Meissl não é inferior a 24 e o de Polenske não excede 3,5. Valores fora destes limites indicam falsificação com gorduras estranhas, que serão do grupo das de coco e de palmiste, quando se verifica anomalia em ambos os índices.

Índice de ácido butírico (vejam-se Métodos gerais, 88 a 90). — Varia entre 27 e 17. Valores fora destes limites indicam falsificação com gorduras estranhas.

Índice de A e B (vejam-se Métodos gerais, 91 e 92). — Na gordura da manteiga o índice de A não excede 10 e o de B não é inferior a 28. Valores fora destes limites indicam falsificação com gorduras estranhas, que serão do grupo das de coco e palmiste quando se verificam ambos os índices fora dos limites indicados.

Índice de iodo (vejam-se Métodos gerais, 93 a 96). — O índice de iodo da gordura de manteiga, determinado pelo método de Hanus, varia entre 46 e 28. Valores superiores fazem presumir uma falsificação com gorduras estranhas.

VIII. Características químicas qualitativas da gordura

Investigação dos óleos hidrogenados (vejam-se Métodos especiais, 23). — O índice de iodo dos ácidos gordos sólidos separados pelo método de Twitchell (vejam-se Métodos gerais, 127) ou pelo método de Baughman e Jamieson (vejam-se Métodos gerais, 128) indica, quando exceder o valor 10, uma falsificação por adição de gorduras hidrogenadas (presença do ácido iso-oleico).

Ministério da Economia, 10 de Outubro de 1951. — Pelo Ministro da Economia, *Domingos Rosado Victoria Pires*, Subsecretário de Estado da Agricultura.