

Leite: ser ou não ser? eis a questão!
Milk: to be or not to be? here's a question!
Leche: ¿ser o no ser? esa es la cuestión

Recebido: 24/02/2020 | Revisado: 02/03/2020 | Aceito: 18/03/2020 | Publicado: 19/03/2020

Gilvandenys Leite Sales

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6060-2535>

Instituto Federal do Ceará, Brasil

E-mail: denyssales@ifce.edu.br

Natalisse Andrade da Silva Gomes

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-9501-5090>

Universidade Federal do Ceará, Brasil

E-mail: andradenatalisse@gmail.com

Antonia de Jesus Lourenco Lopes

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-0963-7900>

Universidade Federal do Ceará, Brasil

E-mail: tomlopes69@gmail.com

Luana Santiago da Silva

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-1638-65640>

Universidade Federal do Ceará, Brasil

E-mail: santiagoluana89@gmail.com

Juliane Döering Gasparin Carvalho

ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-0199-7864>

Universidade Federal do Ceará, Brasil

E-mail: julianedgc@gmail.com

Resumo

O leite é um alimento essencial na alimentação humana, pois é importante fonte de carboidratos, proteínas, vitaminas e minerais, indispensáveis nutrientes para uma vida longa e saudável. Devido às vulnerabilidades, desde sua produção à disponibilidade na prateleira para o consumidor final e, por ser um alimento amplamente consumido por todas as faixas etárias e por pessoas de todos os níveis sociais, faz-se necessário uma vigilância mais acirrada no combate às adulterações e fraudes no produto. Cita-se a simples prática de adicionar água no

leite como uma das adulterações mais corriqueiras, utilizada para aumentar o seu volume e os lucros do produtor, o que constitui um crime e uma afronta aos direitos do consumidor. O presente trabalho teve como objetivo apresentar discussões teóricas e práticas, fundamentadas em levantamentos empíricos em laboratório especializado, direcionadas à analisar a qualidade do leite e identificar sua adulteração. O trabalho foi desenvolvido no Laboratório de Laticínios do Departamento de Engenharia de Alimentos da Universidade Federal do Ceará como atividade didática na disciplina de Matérias Primas de Origem Animal. Os testes foram realizados tomando amostras de leite adulterado, por meio de testes padrões, como: Alizarol, pH, densidade, Dornic, entre outros. A partir das observações e análises realizadas foi possível concluir a importância de se realizar a aferição da qualidade do leite por meio de todos os testes físico-químicos apresentados e garantir um produto íntegro ao consumidor.

Palavras-chave: Qualidade do leite. Adulteração do leite. Análises físico-químicas. Fraude.

Abstract

Milk is an essential food in human food, as it is an important source of carbohydrates, proteins, vitamins and minerals, essential nutrients for a long and healthy life. Due to the vulnerabilities, from production to shelf availability to the end consumer and as a food widely consumed by all age groups and people of all social levels, closer vigilance is required to combat tampering and abuse. product fraud. The simple practice of adding water to milk is cited as one of the most common adulterations, used to increase its volume and the producer's profits, which is a crime and an affront to consumer rights. This paper aims to present theoretical and practical discussions, based on empirical surveys in a specialized laboratory, aimed at analyzing the quality of milk and identifying its adulteration. The work was developed at the Dairy Laboratory of the Department of Food Engineering of the Federal University of Ceará as a didactic activity in the discipline of Raw Materials of Animal Origin. The tests were performed taking samples of adulterated milk, by means of standard tests such as: Alizarol, pH, density, Dornic, among others. From the observations and analyzes made it was possible to conclude the importance of measuring the quality of milk through all the physical-chemical tests presented and to ensure a healthy product to the consumer.

Keywords: Milk quality. Adulteration of milk. Physicochemical analysis. Fraud.

Resumen

La leche es un alimento esencial en la alimentación humana, ya que es una fuente importante de carbohidratos, proteínas, vitaminas y minerales, nutrientes esenciales para una vida larga y

saludable. Debido a las vulnerabilidades, desde la producción hasta la disponibilidad en los estantes para el consumidor final y como un alimento ampliamente consumido por todos los grupos de edad y personas de todos los niveles sociales, se requiere una vigilancia más estrecha para combatir la manipulación y el abuso. fraude de productos. La práctica simple de agregar agua a la leche se cita como una de las adulteraciones más comunes, utilizada para aumentar su volumen y las ganancias del productor, lo cual es un delito y una afrenta a los derechos del consumidor. Este artículo tiene como objetivo presentar discusiones teóricas y prácticas, basadas en encuestas empíricas en un laboratorio especializado, con el objetivo de analizar la calidad de la leche e identificar su adulteración. El trabajo se desarrolló en el Laboratorio de Productos Lácteos del Departamento de Ingeniería de Alimentos de la Universidad Federal de Ceará como actividad didáctica en la disciplina de Materias primas de origen animal. Las pruebas se realizaron tomando muestras de leche adulterada, mediante pruebas estándar como: Alizarol, pH, densidad, Dornic, entre otras. A partir de las observaciones y análisis realizados, fue posible concluir la importancia de medir la calidad de la leche a través de todas las pruebas físico-químicas presentadas y garantizar un producto saludable para el consumidor.

Palabras clave: calidad de la leche. Adulteración de la leche. Análisis fisicoquímico. Fraude.

1. Introdução

O atual direcionamento do mercado de origem animal é pela busca de alimentos com baixos teores de gordura, assim como alimentos funcionais (Fernandes, Queiroga, Medeiros, Costa, Bomfim, & Braga, 2008). O ramo do leite no agronegócio vem desempenhando um papel muito importante na geração de renda e trabalho, ocasionando uma economia favorável para países em desenvolvimento, pois além de envolver um componente social é considerado um produto essencial na mesa do consumidor (Oliveira, Vaneli, Martins, Cócaro, & Coelho, 2015).

Leite é “o produto oriundo de ordenha completa e ininterrupta, em condições de higiene, de vacas sadias, bem alimentadas e descansadas. O leite de outros animais deve se denominar segundo a espécie de que proceda” (Brasil, 2011). Leite constitui-se numa das mais importantes fontes de nutrientes na alimentação dos seres humanos e o único que satisfaz as necessidades dos recém-nascidos. E, segundo a Instrução Normativa nº 76 de 26 de novembro de 2018 “leite cru refrigerado é o leite produzido em propriedades rurais, refrigerado e destinado aos estabelecimentos de leite e derivados sob serviço de inspeção

oficial” (Brasil, 2018a).

Conforme a Instrução Normativa nº 77 de 26 de novembro de 2018 (Brasil, 2018b), o processo de coleta de leite cru refrigerado na propriedade rural consiste em recolher o produto em veículo com tanque isotérmico, através de mangote flexível e bomba sanitária, acionada pela energia elétrica da propriedade rural, através de mangueira e bomba sanitárias, diretamente do tanque de refrigeração, em circuito fechado. O tanque de refrigeração por expansão direta deve ser dimensionado de modo tal que permita refrigerar o leite até temperatura igual ou inferior a 7°C no tempo máximo de 3 horas após o término da ordenha, independentemente de sua capacidade.

A qualidade do leite é de grande importância na disseminação de doenças quando relacionado ao homem, assim como em animais, pois é de fundamental importância avaliar as características físico-químicas do produto (Agnese, Nascimento, Veiga, Pereira, & Oliveira, 2002).

As maiores preocupações quanto às análises em leite in natura estão associadas ao estado de conservação e a sua integridade físico-química, principalmente àquela relacionada à adição ou remoção de substâncias químicas próprias ou estranhas à sua composição. Conforme a relevância que representa na alimentação e a sua natureza perecível, é fundamental que haja um controle de qualidade, por meio de análises físico-químicas, com o objetivo de atender os requisitos mínimos de qualidade, exigidos pela legislação em vigor (Brasil, 2018a, 2018b). Portanto, a finalidade desta pesquisa está direcionada a analisar a qualidade de uma amostra de leite e identificar sua adulteração por meio da avaliação de suas características físico-químicas.

2. Estado da arte: revisão de literatura

Nesta seção realizou-se uma pesquisa bibliográfica com a finalidade de identificar o estado da arte e verificar as estratégias e metodologias utilizadas por pesquisadores acerca do tema qualidade do leite. O objetivo foi avaliar e interpretar os estudos mais relevantes nesta área, assim, foram identificados e analisados os trabalhos relacionados nos últimos três anos.

2.1 Metodologia da Revisão Sistemática de Literatura (RSL)

De forma a cumprir o protocolo desta revisão sistemática, as seguintes etapas foram realizadas (FIGURA 1).

Figura 1 – Etapas do Processo de Revisão



Fonte: O autor fundamentado em Kitchenham (2004)

2.1.1 RSL Etapa 1 - Planejamento

Foi definida a seguinte questão de pesquisa (QP), foco desta RSL:

- QP: Quais são os testes mais utilizados para identificação de fraude no leite nos estudos realizados?

O protocolo de revisão foi elaborado de forma a responder à QP acima definida. No mês de outubro de 2019 foram consultadas duas bases de arquivos científicos para a etapa de seleção dos trabalhos: Google Scholar e Scielo.

Estes repositórios foram selecionados devido seus mecanismos de buscas online, possibilitando o uso de filtros por ano (2017, 2018 e 2019), idioma (português) e tipo de publicação (artigos em periódicos e trabalhos de conclusão de curso). As strings de busca utilizadas nestas bases (QUADRO 1) foram elaboradas a partir de palavras-chaves como: qualidade do leite, adulteração, bovino, ordenha e testes.

Quadro 1 – Strings de busca usadas nos repositórios

Repositório	String de busca
Google Scholar	"qualidade do leite" and "adulteração" and "bovino" and "ordenha" and "testes"
Scielo	(leite) AND (fraude)

Fonte: O Autor

Para que a esta pesquisa fosse mais focada, somente foram selecionados trabalhos que se encaixassem nos critérios de inclusão e exclusão pré-definidos (QUADRO 2).

Quadro 2 – Critérios de Inclusão e Exclusão

Critérios	ID	Descrição
Inclusão	I1	Trabalhos nas áreas de Engenharias, Veterinária e Ciências Agrárias
	I2	Trabalhos escritos em português
	I3	Trabalhos publicados entre 2017 e 2019
	I4	Artigos em periódicos e trabalhos de conclusão de cursos
Exclusão	E1	Trabalhos Duplicados
	E2	Trabalhos que não contém palavras-chaves no título ou resumo
	E3	Número de páginas inferior a quatro
	E4	Trabalhos não disponíveis integralmente na web e não acessíveis de forma gratuita

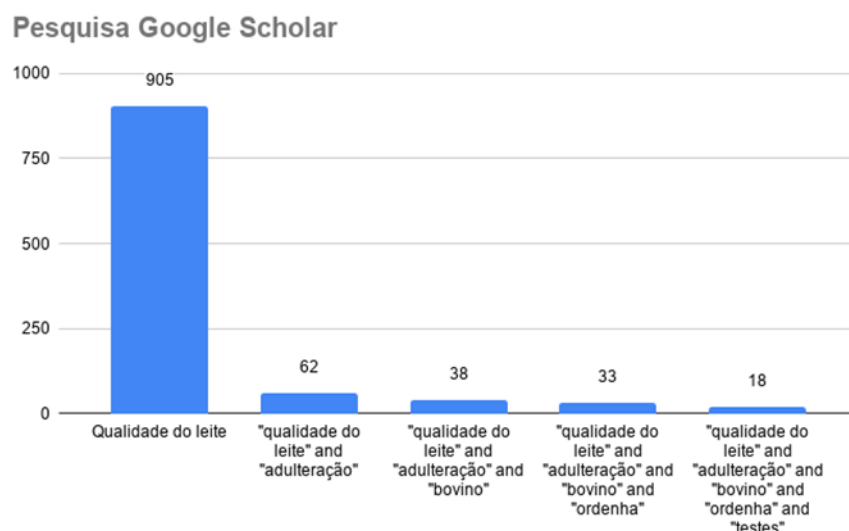
Fonte: O Autor

O objetivo principal nesta revisão foi explorar artigos mais recentes e que preferencialmente atendessem às INSTRUÇÃO NORMATIVA Nº 76 e 77/2018 do MAPA (Brasil 2018a, 2018b) logo é importante ressaltar que apenas foram consideradas publicações realizadas nos últimos três anos.

2.1.2 RSL Etapa 2 - Execução

A etapa de execução realiza a identificação, seleção e extração dos trabalhos. Durante o processo de identificação, as strings de busca foram aplicadas nas bases de artigos científicos e o conjunto inicial foi de 912 artigos, distribuídos nos dois repositórios. A maior parte dos artigos, 905, foi encontrada na base de dado do Google Scholar, os outros 7 trabalhos foram encontrados no repositório da Scielo. No Gráfico 1 é apresentado o processo ocorrido no Google Scholar. No repositório Scielo a simples string de busca, '(leite)', retornou 10809 trabalhos e, '(leite) AND (fraude)', somente 7 trabalhos, a filtragem foi garantida pelos critérios de inclusão.

Gráfico 1 - Protocolo de pesquisa no Google Scholar



Fonte: O autor

Nesta etapa foram aplicados os critérios de inclusão e exclusão pré-definidos (QUADRO 1). O objetivo foi encontrar quais artigos tratam de qualidade do leite bovino e suas fraudes, foi realizada a leitura do título e resumo dos vinte e nove artigos finais, em que apenas nove trabalhos foram escolhidos para uma análise mais detalhada e apresentados na próxima seção.

2.1.3 RSL Etapa 3 – Resultados

Andreatta, Costa, Santos e Binello (2019) analisaram fraudes constatadas no segmento do leite no estado do Rio Grande do Sul. Entre suas observações destacam-se as preocupações dos consumidores em relação à qualidade do leite; o possível retorno a padrões de consumo antigos através da preferência pelo leite não processado, as falhas e ilegalidades ao longo da cadeia produtiva e a preocupação com a saúde.

Santos, Sousa e Melo (2019) verificaram a presença de substâncias adulterantes e analisaram a qualidade microbiológica de leite cru e pasteurizado quanto à presença de coliformes termotolerantes e Salmonella, suas amostras foram coletadas na qualidade de consumidor diretamente de vendedores que comercializam informalmente o leite in natura e de supermercados em diferentes pontos do município de Jequié-BA. Para a pesquisa microbiológica foi utilizada a técnica de tubos múltiplos, quanto à adulteração buscaram a presença de reconstituintes de densidade, agentes neutralizantes e inibidores de crescimento, relativo a adulterantes fundamentaram-se no preconizado pela IN 76 de 2018 (Brasil, 2018a).

Seus resultados revelaram que algumas amostras não estavam de acordo os padrões estabelecidos por lei, demonstrando a importância dos cuidados higiênico-sanitários no processo de produção e venda do leite, reforçando a importância dos tratamentos térmicos no controle da qualidade microbiológica.

Vargas et al. (2019) avaliaram a interação entre sistemas produtivos e estações do ano sobre a qualidade do leite bovino, para tanto, consideraram os teores de gordura, proteína, sólidos totais, contagem de células somáticas, contagem bacteriana total, acidez titulável em graus Dornic, densidade, índice crioscópico, estabilidade ao alizarol, potencial de hidrogênio (pH) e teste de redução do azul de metileno. Também realizaram o fracionamento da proteína total do leite em equivalente proteico do nitrogênio não proteico, da proteína verdadeira e da caseína. Seus resultados revelam as variações dos resultados dos testes com a estação do ano.

Oliveira et al. (2018) desenvolveram um método com boa capacidade preditiva para a determinação do caseinomacropeptídeo (CMP), tolera-se um índice de CMP de até 30mg/L em leite UAT. Sua metodologia envolvia espectroscopia no infravermelho próximo e regressão por mínimos quadrados parciais. A pesquisa foi desenvolvida no Centro de Pesquisa em Alimentos da Escola de Veterinária e Zootecnia da Universidade Federal de Goiás (EVZ/UFG). Para a determinação em mg/L do teor de CMP foi utilizado leite colhido na própria fazenda da universidade e adulterado com soro de queijo, nas proporções de 5%, 10%, 15% e 20%, conforme recomendado pela metodologia oficial. A adição do soro de queijo ao leite é uma das fraudes em alimentos praticadas no Brasil. Seus resultados mostraram-se satisfatórios para a determinação de CMP em leite UAT, entretanto, é necessário haver um conjunto de calibração com amostras representativas da população a ser predita no futuro.

Souza, Nicolau, Lage, Mesquita e Coelho (2018) compararam três métodos analíticos para determinação da adição de soro em leite cru refrigerado: cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE), ninidrina ácida e colorimétrico adaptado. Foram coletadas 100 amostras de leite cru refrigerado de tanques de expansão e submetidas aos testes, entre as três técnicas, a CLAE foi a metodologia mais sensível na detecção e quantificação da adição do soro em leite cru refrigerado.

Medeiros (2018) analisou a caracterização físico-química de três marcas de leite UHT desnatado comercializados em um supermercado na cidade de Campina Grande-PB. Atentaram à densidade, extrato seco total, teor de cinzas, acidez (alizarol), matéria gorda e pH. Os parâmetros citados das três amostras de leite UHT desnatado estavam em conformidade com a normativa indicando leites de boa qualidade.

Oliveira (2018) investigou a adição fraudulenta de água em leite cru identificando através de análises estatísticas possíveis correlações existentes entre análises realizadas pela metodologia Milktech e a padrão do crioscópio. Foi utilizado o aparelho denominado Milktech e simultaneamente a análise no crioscópio, cujo padrão aceitável é de $-0,530\text{ }^{\circ}\text{H}$ a $-0,555\text{ }^{\circ}\text{H}$. A crioscopia indica a temperatura de congelamento do leite, que é uma importante forma de detectar fraude por adição de água. O Milktech, equipamento desenvolvido pela Universidade Federal de Juiz de Fora tem a vantagem de ser portátil, possuir bateria recarregável e preço acessível, e assim supera o crioscópio, pois pode ser levado até o tanque. A pesquisadora conclui que as análises das amostras pareadas de leite pelos dois métodos, crioscópio e Milktech, obtiveram correlação significativa, tanto dos dados analisados somente no laticínio, como dos dados analisados diretamente na propriedade.

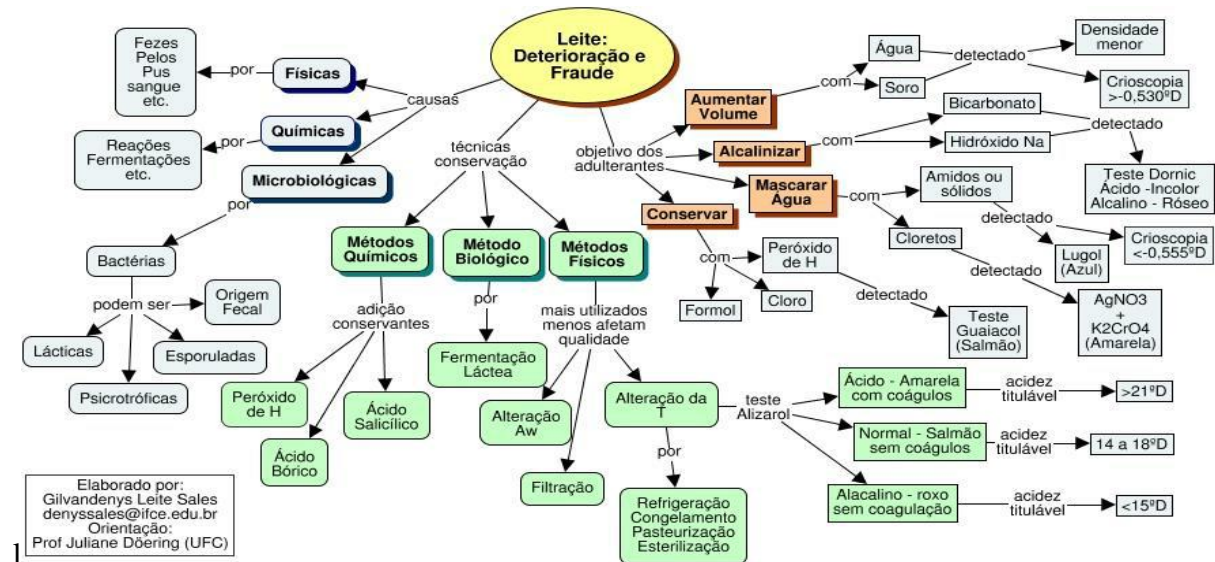
Conceição (2018) utilizou a Espectroscopia de Infravermelho com Transformada de Fourier (FTIR) aliada às análises quimiométricas para identificar adulterações em leite cru e posteriormente identificar adulteração em amostras de produtores. Foram usados cinco níveis de concentração dos seguintes adulterantes: bicarbonato de sódio, hidróxido de sódio e peróxido de hidrogênio em leite puro e amido, sacarose e uréia em leite com 10% de água. Foram analisadas 640 amostras previamente adulteradas em equipamentos. Destas, 2,4% estavam adulteradas com amido, uréia e hidróxido de sódio, assim utilizando da metodologia proposta foi possível obter classificação satisfatória para as amostras adulteradas.

Lebrão (2018) analisou oito marcas de leite integral do tipo UHT (*Ultra High Temperature*) em Ponta Grossa-PR. Foi realizada a determinação da quantidade dos minerais presentes no leite como o sódio, ferro e magnésio, além de algumas análises das propriedades físico-químicas às quais o leite é submetido no processo de industrialização, como densidade, índice crioscópico e acidez, parte dos testes realizados no leite para garantir a qualidade. Para tanto, utilizou de espectrometria de absorção atômica, termolactodensímetro, crioscópio e titulação. Para o teor de minerais foi realizado um estudo estatístico da análise através do programa SASM-Agri. Com a realização de todos os testes citados foi possível determinar que no geral os resultados estavam dentro do exigido pela legislação, contudo para o índice crioscópico, algumas análises estavam fora do permitido.

Concluída a análise dos trabalhos selecionados, o passo seguinte é responder à questão de pesquisa, QP: Quais são os testes mais utilizados para identificação de fraude no leite nos estudos realizados?

A leitura dos trabalhos selecionados, embora apresentem outras poucas técnicas, vem somente corroborar com os testes padrões expostos no mapa conceitual a seguir (FIGURA 2) e que serão detalhados na próxima seção.

Figura 2 – Principais métodos de detecção de fraudes em leite



Fonte: Sales (2019), disponível em: <https://bit.ly/2VFTHUY> acessado em: 13 out. 2019.

3 Fundamentação teórica

A Instrução Normativa nº 76 de 26 nov. 2018 fixa a identidade e as características de qualidade que devem apresentar o leite cru refrigerado, o leite pasteurizado e o leite pasteurizado tipo A, já a Instrução Normativa nº 77 de 26 nov. 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 (Brasil, 2018a, 2018b). Nesta seção trata-se de discutir acerca da qualidade do leite e dos testes que podem assegurar um leite sem adulteração e/ou fraude.

3.1 Adulteração do Leite

Inicialmente, as adulterações do leite almejavam o aumento do volume, por meio da adição de água, e desnatado para produção de creme de leite. Posteriormente, foram surgindo novos tipos de adulterações, como adição de soro de queijo, de substâncias conservantes (peróxido de hidrogênio), neutralizantes (hidróxido de sódio, bicarbonato de sódio) e reconstituintes da densidade e crioscopia (sal, açúcar, amido).

3.1.1 Adulteração do Leite por adição de água

A fraude por adição de água consiste em adicionar ao leite uma água dura, água não tratada, essa fraude tem como objetivo aumentar o volume do leite e interferir no ponto de congelamento. Além disso, essa fraude prejudica a qualidade microbiana do leite. Outros líquidos com ponto de congelamento baixo também podem ser adicionados como, urina e o soro do leite que também interferem na qualidade do leite.

O teste utilizado para detectar a adição de água no leite é através do índice crioscópico que mede o ponto de congelamento. A temperatura de congelamento da água é mais alta do que a do leite devido às substâncias dissolvidas no mesmo. Se houver adição de água o ponto crioscópico irá se aproximar de zero. O ponto de congelamento normal do leite fica na faixa de $-0,530^{\circ}\text{H}$ (quinhentos e trinta milésimos de grau Hortvet negativos) a $-0,555^{\circ}\text{H}$ (quinhentos e cinquenta e cinco milésimos de grau Hortvet negativos), ou entre $-0,512^{\circ}\text{C}$ (quinhentos e doze milésimos de grau Celsius negativos) a $-0,536^{\circ}\text{C}$ (quinhentos e trinta e seis milésimos de grau Celsius negativos) (Brasil, 2018a).

3.1.2 Adulteração do Leite por adição de alcalinos

A adição de alcalinos tem o objetivo de diminuir a acidez e aumentar a conservação e é considerada uma fraude intencional para órgãos de fiscalização e testes de portaria, e conseqüentemente um leite de qualidade inferior. Caso não seja intencional, a presença dessas substâncias pode ser devido a falhas de higienização, como também da sanitização que é utilizado soluções alcalinas na limpeza de equipamentos e utensílios.

3.1.3 Adulteração do Leite por adição de conservantes

O formol e o peróxido de hidrogênio são utilizados como conservantes e tem o objetivo de paralisar a atividade microbiana. Leites com carga microbiana elevada apresentam pH alterado e por consequência acidez Dornic elevada, teste de recepção são necessários para constatar tal adulteração. Outros conservantes podem ser usados também como bicarbonatos, bicromato de potássio, hipocloritos e ácido salicílico.

3.1.4 Adulteração do Leite por adição de reconstituintes

A identificação de adulterantes na composição do leite tem se tornado cada vez mais eficiente, por isto quando ocorre algum tipo de adulteração, esta dificilmente ocorre sozinha. Os reconstituintes são adulterantes utilizados com intuito de encobrir outras alterações nas características do leite. Geralmente, estão associados a adição de água e buscam reconstituir a densidade e o ponto de crioscopia do leite. Para encobrir a aguagem os constituintes mais comuns são o açúcar, o amido e a urina.

3.1.5 Adulteração do Leite por falhas na pasteurização

Tratamento térmico ineficiente pode causar uma série de problemas para a população, uma vez que expõe o consumidor a vários microrganismos patogênicos. No entanto, o superaquecimento do leite pode ser maléfico tanto no conteúdo nutricional, quanto em mascarar a baixa qualidade da matéria prima. O leite deve ser mantido em temperatura imprópria ao crescimento microbiano, embalagem adequada e as características físico-químicas preservadas ao máximo. Para avaliar a eficiência do processo são necessárias algumas provas enzimáticas como fosfatase e peroxidase. Então se um leite pasteurizado está com essas duas enzimas acima inativadas, há uma falha na pasteurização.

3.1.6 Fraudes de rotulagem

A presença de produtos em desacordo com a rotulagem é outro tipo de fraude, uma vez que o consumidor precisa estar ciente da composição química do alimento para ele determinar poder ou não consumir, muitas vezes por motivos de intolerância ao açúcar lactose ou alergia à proteína ($\alpha S1$) do leite. As proteínas do soro e as caseínas são frequentemente adicionadas a produtos alimentícios por suas propriedades agregantes. Então, por razões éticas e econômicas, torna-se obrigatório o desenvolvimento de métodos sensíveis para a detecção dos vários tipos de leites em produtos lácteos e não lácteos. Tal ação pode ser considerado crime previsto da legislação brasileira: Lei N° 8.137/90, capítulo II, Dos Crimes Contra Economia e as Relações de Consumo: Art. Artigo VII, parágrafo II, vender ou expor à venda mercadoria cuja embalagem, tipo, especificação, peso ou composição esteja em desacordo com as prescrições legais ou que não corresponda à respectiva classificação oficial.

3.2 Apresentação dos testes

O leite in natura, para seu recebimento na indústria, precisa passar por uma bateria de análises físico-químicas e estar dentro dos padrões estabelecidos.

3.2.1 Teste do Alizarol

Este teste é rápido e por isso é um dos testes de recepção. Indica acidez e estabilidade. A amostra em questão é misturada geralmente a Álcool/Alizarol na concentração mínima de 72% v/v (setenta e dois por cento volume/ volume), podendo haver ou não formação de precipitado e coagulação. Falta de estabilidade indicada por este teste acarretaria aumento da acidez, pois haveria produção de ácido láctico pelas bactérias.

- Coloração lilás a violeta: suspeita de fraude com alcalinos ou com água indicando possível presença de mastite ou de neutralizantes;
- Coloração vermelho tijolo ou róseo-salmão sem coagulação (grumos): Leite normal (leite com acidez normal e estabilidade ao álcool 72% v/v);
- Coloração amarela ou marrom claro com coagulação (grumos): Leite ácido (leite com acidez elevada e não estável ao álcool 72% v/v).

3.2.2 Medição do pH

Deve-se realizar o controle diário do leite cru refrigerado (leite fresco), cujo pH está entre 6,6 e 6,8. Vacas com mastite produzem leite com pH até 7,5. O pH alterado tem por consequência alterações na acidez Dornic (medida em °D - graus Dornic), para o leite normal a acidez titulável está entre 15 °D a 18°D.

3.2.3 Depressão do ponto de congelamento

A Temperatura de fusão do leite é menor do que a Temperatura de fusão da água (Consequência das substâncias presentes no leite). A crioscopia do leite é em relação ao ponto de fusão da água. Ponto mais elevado aceitável: -0,512°C.

3.2.4 Determinação de densidade

A densidade do leite depende diretamente da matéria dissolvida e suspensa no volume deste, ou seja, do extrato seco desengordurado, gordura e água. Para determinar a densidade do leite utiliza-se um termolactodensímetro, que quando imerso desloca uma quantidade de fluido que em massa é proporcional a densidade da amostra e, em volume, igual à do densímetro utilizado. A densidade geralmente, é determinada a 15°C ou é convertida para essa temperatura, segundo (Brasil, 2018a) é uma das características sensoriais a ser atendida: “densidade relativa a 15°C/ 15°C(quinze graus Celsius) entre 1,028 (um inteiro e vinte e oito milésimos) e 1,034 (um inteiro e trinta e quatro milésimos)”.

3.2.5 Teste da acidez Dornic

Para o controle da matéria-prima pela indústria leiteira, uma das medidas mais usadas é a determinação da acidez Dornic. O teste é importante para classificar o leite; a acidez titulável é expressa em graus Dornic (°D). O leite normal não contém ácidos, mesmo assim há uma pequena acidez detectável. A substância química usada no teste combina com algumas substâncias presentes no leite fresco. As substâncias responsáveis pela acidez aparente são: os fosfatos, citratos, a caseína, albumina e gás carbônico dissolvidos; o termo acidez aparente não pode ser confundida com a acidez que se forma no leite pelo crescimento de bactérias. Os resultados do teste de acidez titulável podem variar de 12 a 18°D. No teste da acidez titulável o hidróxido de sódio (NaOH) é usado para neutralizar o ácido do leite. A fenolftaleína (substância indicadora) é usada para mostrar a quantidade de álcali necessária para neutralizar o ácido do leite. Cada 0,1 mL corresponde a 1°D e cada 1°D corresponde a 0,01% de acidez expressa como ácido láctico.

- Leite normal, fresco: Ph de 6,6 a 6,8 e, A.D. de 15°D a 18 °D;
- Leite típico alcalino: leite de vaca com mastite, leite do final da lactação, leite de retenção, leite fraudado com água: Ph Maior ou igual a 6,9 e, A.D. < 15 °D;
- Leite ligeiramente ácido: leite do princípio da lactação, leite com colostro, leite em início de processo de fermentação: Ph de 6,5 a 6,6 e, A.D. de 19°D a 20 °D.

Em Brasil (2018a) a acidez titulável é expressa em gramas de ácido láctico/100 mL e está entre 0,14 (quatorze centésimos) e 0,18 (dezoito centésimos).

3.2.6 Determinação da gordura (Método de Gerber)

A determinação da densidade é utilizada para determinar a quantidade de gordura, o aparelho usado para determinar a densidade é o termolactodensímetro, detecta se houve fraude no desnatado ou adição de água, mas não é um teste conclusivo, pois leites muito gordurosos apresentam valores menores para densidade, já que a gordura apresenta densidade baixa.

Adição de amido e desnatado são alterações que elevam a densidade do leite.

- Densidade média do leite: 1,032g/mL, pode ter uma variação tolerável entre 1,023 e 1,040g/mL;
- Densidade da gordura: 0,927;
- Densidade do leite desnatado: cerca de 1,035.

Então um leite com 3% de gordura, (quantidade padrão de gordura) deve apresentar uma densidade em torno de 1,0295.

3.2.7 Determinação de extrato seco total

Os elementos sólidos representam aproximadamente 12 a 13% e a água, aproximadamente 87%. Os principais elementos sólidos do leite são lipídios, carboidratos, proteínas, sais minerais e vitaminas. Esses elementos e suas interações são determinantes para a estrutura, propriedades funcionais e aptidão do leite para processamento. O extrato seco total (EST) engloba todos os componentes do leite exceto a água. Por sólidos não-gordurosos (SNG) ou extrato seco desengordurado (ESD) compreendem-se todos os elementos do leite, menos a água e a gordura. A composição do leite varia de acordo com o estágio de lactação: no colostro a proteína é maior e a lactose encontra-se reduzida.

Brasil (2018a) estabelece estes limites sensoriais de teor de sólidos não gordurosos: mínimo 8,4 g/100g (oito vírgula quatro gramas por cem gramas) com base no leite integral, para proteína total mínima de 2,9g/100g (dois vírgula nove gramas por cem gramas) e, para lactose anidra mínima de 4,3g/100g (quatro vírgula três gramas por cem gramas).

3.2.8 Prova de peroxidase

A peroxidase é uma enzima indicadora de tratamento térmico que é desativada a uma temperatura de 85°C. Durante o processo de pasteurização o leite chega a temperaturas de 72° a 75°C, na pasteurização rápida, portanto a peroxidase deve estar intacta no leite pasteurizado, nesse caso se o resultado for negativo pode indicar o superaquecimento do leite e pode estar

mascarando um produto contaminado. Já no processo de obtenção do leite UHT a temperatura pode chegar a 150°C o que provoca a negatificação do ensaio. O teste enzimático de peroxidase deve resultar positivo com desenvolvimento de coloração salmão, e isto é um dos parâmetros físico-químicos que o leite pasteurizado deve atender (Brasil, 2018a).

4 Materiais e métodos

Nesta seção são abordados os testes realizados com a amostra do leite fornecido com possíveis adulterações propositais como proposta didática da disciplina e, adotados os procedimentos indicadores de qualidade relativo a cada teste.

Para o Teste do alizarol foi usado 2 mL da amostra do leite e 2 mL de álcool 72% sendo transferido para o tubo de ensaio e misturado cuidadosamente.

No processo de medição do pH foi necessário usar 10 mL da amostra de leite disponível para teste e transferido para um béquer; com o medidor de pH, que é constituído por um eletrodo e um circuito potenciômetro, devidamente calibrado, o eletrodo é mergulhado com a ponta na amostra, que imediatamente produz uma diferença de potencial, retornando em escala de pH.

Relativo à determinação da 'Depressão do ponto de congelamento', pode-se considerar o ponto de congelamento médio em torno de -0,530 a -0,555°H. O procedimento realizado para testar o leite disponível consistiu em transferir 2 mL de leite para o tubo crioscópico, em duplicata, a ser analisado pelo equipamento crioscópio eletrônico, o teste encerra quando o aparelho emite um sinal sonoro e o resultado é apresentado no display do equipamento.

No procedimento de determinação da densidade do leite, que é em média 1,032g/mL, foram transferidas 250mL de leite para uma proveta, de forma branda e devagar, a fim de não haver formação de espuma, foi medida a temperatura, e em seguida foi introduzido o lactodensímetro no leite, após a estabilização do medidor foi feita a leitura e os resultados comparado com os da tabela padrão.

No Teste da acidez Dornic foram utilizados os equipamentos: frasco erlenmeyer com capacidade de 250 mL; pipetas volumétricas de 10 mL e Acidímetro de Dornic. Juntamente das soluções e reagentes: hidróxido de sódio 0,111 mol/L (Solução Dornic); fenolftaleína 1% (m/v). Durante o procedimento feito em duplicata, foram transferidos 10 mL de leite para um erlenmeyer de 250 mL, com o auxílio da pipeta, em seguida foram adicionadas 4 gotas de fenolftaleína, e titulado pela solução hidróxido de sódio 0,111 mol/L. Cada 1mL corresponde a 1°D, e 1°D corresponde a 0,01% de acidez expressa como ácido láctico.

Na determinação da gordura, o Teste de Gerber tem por fundamentação a destruição das micelas de gordura e a dissolução da caseína que facilita a separação da gordura. Teve como reagentes e soluções o ácido sulfúrico $d=1.825$ g/L e o álcool Iso-Amílico $d=811$ g/L. Como vidrarias: pipetas volumétricas e o Butirômetro de Gerber. A centrífuga de Gerber (1200 -1400 rpm) como equipamento. Esse teste consistiu em transferir 10 mL de ácido sulfúrico para o butirômetro, a seguir, adicionou-se 11mL da amostra de leite fornecido e 0,1 mL de álcool e agitou-se vigorosamente, por fim, levou-se para a centrífuga por 4 a 5 minutos.

Na determinação de extrato seco total usou-se como equipamento o disco de Ackermann, Em sua leitura faz-se coincidir as graduações dos círculos interno e médio, correspondentes à densidade corrigida e a porcentagem de gordura. A posição da seta indicou no círculo externo a porcentagem de extrato seco total. Na determinação do extrato seco desengordurado (ESD) é necessário subtrair a porcentagem de gordura (G) da amostra do extrato seco total (EST): $ESD = EST - G$ (%).

Para a prova da peroxidase na amostra de leite fluido, foram utilizados como reagentes uma solução hidroalcoólica de guaiacol ($C_7H_8O_2$) a 1% (v/v) e uma solução de peróxido de hidrogênio (H_2O_2) a 3 % (v/v). O procedimento iniciou-se com a transferência de 10 mL da amostra para um tubo de ensaio de 20 mL, este foi aquecido em banho-maria a $45^\circ C$ por 5 minutos. Levando a amostra já aquecida para capela, foi-se adicionado 2 mL da solução de guaiacol 1% pelas paredes do tubo seguindo-se pela adição de 3 gotas da solução de peróxido de hidrogênio a 3% sem agitação.

5. Resultados e discussões

No presente estudo foi necessário analisar a qualidade de um leite disponível para estudo nas bancadas do laboratório. Análises essas que devem descrever a relação de vários testes e seus resultados, de acordo como é descrito no item 3.3 (definição dos testes).

Esses testes tiveram o objetivo de comprovar a qualidade ou fraude no leite usado, a princípio não se sabia qual tipo de leite estava sendo utilizado para análise, então por meio de alguns testes específicos pode-se descobrir qual o tipo de leite, se foi adulterado ou não e como pode ter sido adulterado. Alguns testes, descritos a seguir, apresentam as observações originadas no laboratório.

No teste do alizarol como resultado obteve-se uma coloração róseo-salmão, indicativo de uma positividade para esse teste, o que significa um leite normal.

No teste do pH foi obtido como resultado um leite com pH de 6,5, um pouco abaixo do que o normal, que fica entre 6,6 e 6,8, o que pode indicar uma possível irregularidade na amostra fornecida.

No ponto de congelamento obteve-se como resultado da primeira amostra: $-0,547^{\circ}\text{H}$ e da segunda amostra: $-0,549^{\circ}\text{H}$, indicando normalidade dentro dos padrões estabelecidos no teste da crioscopia.

Relativo a determinação da densidade, o lactodensímetro indicou $1,0304\text{g/mL}$, logo, foi dentro do esperado para o leite pasteurizado integral que é de $1,028\text{ g/mL}$ a $1,036\text{g/mL}$.

No teste da acidez Dornic o procedimento em duplicata resultou em 32°D e 25°D , respectivamente para cada amostra, leites com acidez Dornic acima de 25°D não resistem a pasteurização rápida ($72-75^{\circ}\text{C}$) tendo como média $28,5^{\circ}\text{D}$, logo este leite não suporta mudanças de temperaturas e possivelmente pode estar em elevado processo de fermentação, face os valores encontrados está bem acima dos limites de referências para esse teste.

Na determinação do teor de gordura pelo método de Gerber foi obtido como porcentagem de gordura 2,5% em leitura direta na escala do próprio butirômetro.

Na determinação do extrato seco total obteve-se como resultado um Extrato Seco Total (EST) = 11,78%.

Na determinação do extrato seco desengordurado obteve-se como resultado de extrato seco desengordurado um percentual de 9,28%.

Na determinação da peroxidase foi possível observar a formação de um anel de coloração salmão que indica teste positivo para peroxidase.

5 Considerações finais

Face à necessidade de uma fiscalização mais presente no combate às adulterações e fraudes no leite, o presente trabalho cumpriu seu objetivo de apresentar discussões teóricas e práticas, fundamentadas em levantamentos empíricos em laboratório especializado, direcionadas a analisar a qualidade de uma amostra de leite e identificar sua adulteração.

Didaticamente desenvolvido no Laboratório de Laticínios do Departamento de Engenharia de Alimentos da Universidade Federal do Ceará esta pesquisa realizou uma investigação tomando-se a amostra de um leite adulterado e de testes padrões como: Alizarol, pH, densidade, Dornic, peroxidase, ponto crioscópico e determinação de extratos secos.

A partir das observações e análises realizadas foi possível concluir que a amostra fornecida de leite apresentou irregularidades em testes de pH, acidez Dornic e teor de gordura.

O teste do pH indicou uma amostra de leite ligeiramente ácida que pode ser indicativo de um leite que sofreu um processo de refrigeração inadequada (exposição a temperatura ambiente do laboratório). O teste de Acidez Dornic corrobora com os resultados do pH, em virtude de seu elevado valor médio (28,5°D) constatados nos testes e bem acima do normal. O valor do teor de gordura (2,5%) é indicativo de um leite desnatado.

Mediante estes dados pode-se comprovar a veracidade e eficiência dos testes e suas metodologias apresentadas e discutidas teoricamente em sala de aula, fortalecendo a aprendizagem de que com a devida fiscalização e com a aplicação destes parâmetros de qualidade, proporciona-se um produto de qualidade ao consumidor final.

As limitações desta pesquisa restringem-se ao fato de ter sido uma única amostra adulterada previamente, o que impossibilitou a ampliação de aprendizagens acerca de outras possíveis adulterações. Portanto, sugere-se que seja feito um estudo comparativo entre amostras diversificadas de leite adulteradas explorando todos os testes ora apresentados.

Referências

- Acosta, D. C., de Souza, J. P., & Bankuti, S. M. S. (2018). Tecnificação de Produtores e Estruturas de Governança no Sistema Agroindustrial de Leite. *Desenvolvimento Em Questão*, 16(45), 292-315.
- Agnese, A. P., Nascimento, A. M. D. do, Veiga, F. H., Pereira, B. M., & Oliveira, V. M. de. (2002). Avaliação físico-química do leite cru comercializado informalmente no município de Seropédica-RJ. *Higiene Alimentar*, 16(94), 58-61.
- Andreatta, T., Costa, N. L., dos Santos, I. F., & Binello, L. (2019). A operação “leite compensado” e as percepções dos consumidores de leite no município de Panambi/RS. *Nucleus*, 16(1), 45-56.
- Brasil (2011). 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. Brasília: Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Diário Oficial da União, 30 dez. 2011.

- Brasil (2012). Pesquisa de Peroxidase em Leite Fluido. Laboratório de Produtos de Origem Animal. Método de Ensaio - MET. MET POA/14/01/03 de 11/06/2012. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. MAPA/SDA/CGAL. Laboratório Nacional Agropecuário - LANAGRO/RS. Disponível em: <https://bit.ly/35u7qSC> Acessado em: 16/12/2019 18:17h
- Brasil (2018a). Instrução Normativa nº 76 de 26 de novembro de 2018. Brasília: Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Diário Oficial da União, 30 nov. 2018. Disponível em: <https://bit.ly/2VdD5DW> Acessado em: 16 jan. 2020 16:30h
- Brasil (2018b). Instrução Normativa nº 77 de 26 de novembro de 2018. Brasília: Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Diário Oficial da União, 30 nov. 2018. Disponível em: <https://bit.ly/2XghJbK> Acessado em: 16 jan. 2020 14:30h
- Conceição, D. G. (2018). Utilização do FTIR aliado à análise quimiométrica como ferramenta de triagem para identificação de adulterantes no leite cru. Itapetinga – BA: UESB, 2018. 73 p. Dissertação. (Mestrado em Engenharia e Ciência de Alimentos, Área de Concentração em Ciência de Alimentos).
- Fernandes, M. F., Queiroga, R. de C. R. do, Medeiros, A. N. de, Costa, R. G., Bomfim, M. A. D., & Braga, A. A. (2008). Características físico-químicas e perfil lipídico do leite de cabras mestiças Moxotó alimentadas com dietas suplementadas com óleo de semente de algodão ou de girassol. *Revista Brasileira de Zootecnia*, 37(4), 703-710.
- Kitchenham, B. (2004). *Procedures for performing systematic reviews. Technical Report TR/SE-0401*, Keele University and NICTA.
- Lebrão, N. da C. (2018). Concentração de minerais (sódio, ferro e magnésio), densidade, acidez e crioscopia em leites tipo UHT, comercializados em Ponta Grossa - PR. 2018. 79 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Engenharia Química) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Ponta Grossa.

- Medeiros, F. C. (2018). Caracterização físico-química do leite UHT desnatado comercializado em um supermercado na cidade de Campina Grande – Paraíba. 2018. 47f. Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Química Industrial) - Universidade Estadual da Paraíba, Campina Grande.
- Oliveira, A. D. L., Vaneli, N. R., Vargas, P. D. O., Martins, A. D. de O., Cócaro, E. S., & Coelho, A. D. F. (2015). Avaliação das características físico-químicas, microbiológicas e rotulagem de leite pasteurizado comercializado na microrregião de Ubá – Minas Gerais. *Revista do Instituto de Laticínios Cândido Tostes*, 70(6), 301.
- Oliveira, R. R., Souza, M. I. A., Silva, C. H., Prado, C. S., Rezende, C. S. M., & Lage, M. E. (2018). Determinação do caseinomacropéptido em leite UAT por espectroscopia no infravermelho próximo e regressão por mínimos quadrados parciais. *Arquivo Brasileiro de Medicina Veterinária e Zootecnia*, 70(3), 946-956.
- Santos, I. P., Sousa, F. M. O., & Melo, T. A. (2019). Análise microbiológica e identificação de adulterantes em leite in natura e pasteurizado comercializado em Jequié-BA. *Revista InterScientia*, 7(1), 66-82.
- Souza, C. M., Nicolau, E. S., Lage, M. E., Mesquita, A. J., & Coelho, K. O. (2018). Comparação entre três métodos analíticos para determinação de soro em leite cru refrigerado. *Arquivo Brasileiro de Medicina Veterinária e Zootecnia*, 70(2), 606-614.
- Vargas, D. P., Nörnberg, J. L., Scheibler, R. B., Rizzo, F. A., Ritt, L. A., & Milani, M. P. (2019). Qualidade físico-química e microbiológica do leite bovino em diferentes sistemas de produção e estações do ano. *Ciência Animal Brasileira*, 20, 1-11.

Porcentagem de contribuição de cada autor no manuscrito

Gilvandenys Leite Sales - 26%
Natalisse Andrade da Silva Gomes – 18%
Antonia de Jesus Lourenco Lopes – 18%
Luana Santiago da Silva – 18%
Juliane Döering Gasparin Carvalho – 20%