



CONTROLE DE QUALIDADE DE LEITES UHT COMERCIALIZADOS EM VITÓRIA, ESPIRITO SANTO

Breno Cardozo Guimarães¹
Karolline Venturini²
Marcela Segatto³

RESUMO

O leite é uma importante fonte alimentar, possuindo em sua composição nutrientes essenciais como cálcio, proteínas, vitaminas A, B1, B2 e vários outros minerais. Devido ao seu alto valor nutricional, a ingestão regular de leite traz vários benefícios à saúde humana como contribuição ao desenvolvimento e manutenção óssea e dos demais tecidos do corpo, além da reposição de vitaminas e minerais indispensáveis ao bom funcionamento geral do organismo. Visando a segurança do consumidor, o controle de qualidade desse alimento deve estar presente em todos os processos, desde a obtenção higiênica do leite no campo, a produção do leite ou derivado lácteo, até sua estocagem e distribuição. Este trabalho teve como objetivo analisar leites UHT de diferentes marcas comercializados no município de Vitória, no estado do Espírito Santo, por meio de análises físico-químicas (composição centesimal e pesquisa de aditivos) e análises organolépticas (cor, aspecto, aroma, consistência e sabor). Os resultados obtidos nos testes foram comparados com as determinações estabelecidas pelo Ministério da Agricultura e Pecuária e Abastecimento e pela Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Para as três marcas de leite avaliadas, nenhum dos aditivos pesquisados foi detectado, e resultados satisfatórios foram obtidos em quase todos os testes físico-químicos. Já nos testes de determinação de glicídios redutores em lactose, determinação de acidez em ácido láctico, resíduo mineral fixo e extrato seco total, os valores encontrados não estavam de acordo com os valores de referência da legislação. Alguns motivos para as alterações detectadas são discutidos neste trabalho.

Palavras-chave: Controle de qualidade; Leite; Adulterações; Análises físico-químicas; Legislação.

¹ Acadêmico do curso de Farmácia da Faculdade Brasileira Multivix – MULTIVIX, Vitória, ES, (Brasil)

² Acadêmico do curso de Farmácia da Faculdade Brasileira Multivix – MULTIVIX, Vitória, ES, (Brasil)

³ Docente do curso de Farmácia e Medicina da Faculdade Brasileira Multivix – MULTIVIX, Vitória, ES, (Brasil). E-mail: marcelasegatto@gmail.com

QUALITY CONTROL OF UHT MILK COMMERCIALIZED IN VITÓRIA, ESPIRITO SANTO

ABSTRACT

Milk is an important food source, having in its composition essential nutrients like calcium, proteins, vitamins A, B1, B2 and several other minerals. Due to its high nutritional value, the regular intake of milk brings several benefits to human health as a contribution to the development and maintenance of bone and other tissues of the body, as well as the replacement of vitamins and minerals essentials for the body machinery network. Aiming at consumer safety, the quality control of this food must be present in all processes from the hygienic production of the milk in the field until its storage and distribution. The objective of this work was to analyze UHT milks of different brands marketed in the city of Vitoria, Spirit Santo state, through physicochemical analyzes (centesimal composition and research of additives) and organoleptic analyzes (color, appearance, aroma, consistency and flavor). The results obtained in the tests were compared with the determinations established by the Ministry of Agriculture (MAPA) and by the National Sanitary Agency - ANVISA. For the three brands of milk evaluated none of the additives was detected and satisfactory results were obtained in almost all physical-chemical tests. In the tests for the determination of lactose reducing sugars, determination of acidity in lactic acid, fixed mineral residue and total dry extract, the values found were not in accordance with the reference values of the legislation. Some reasons for the detected changes are discussed in the text.

Keywords: quality control; milk; adulterations; physicochemical analysis; legislation.

INTRODUÇÃO

O leite é uma substância fresca, com valor nutritivo, de coloração esbranquiçada e opaca, obtida através de ordenha ininterrupta de vacas saudáveis, bem alimentadas, mantidas em condições de higiene adequada. Leites ordenhados de outros animais são denominados segundo a espécie de procedência (BRASIL, 2005).

O leite é uma combinação de diversos elementos em água, sendo que esta última representa aproximadamente 87% de sua composição. Os principais elementos sólidos do leite são lipídios, carboidratos, proteínas, sais minerais e vitaminas (ANDRADE et al., 2014). O principal carboidrato do leite é a lactose, podendo ser encontrado no leite outros carboidratos como a glicose e a galactose, porém em pequenas quantidades (ANDRADE et al., 2013d; VALSECHI, 2011; ADRIANO, et al, 2017). As proteínas representam entre 3% e 4% do peso seco do leite, e a caseína (proteína de alta qualidade nutricional) é a principal delas. A concentração de gordura no leite varia geralmente entre 3,5 e 5,3%, cuja maior parte é constituída de triglicerídeos. A fração de gordura do leite, presente em forma de pequenos glóbulos em suspensão na água, serve de veículo para as vitaminas lipossolúveis (A, D, E, K), colesterol e outras substâncias lipossolúveis, como os carotenoides (provitamina A), que dão ao leite sua cor amarelo-creme (VALSECHI, 2011; SOARES, 2013; ADRIANO, et al, 2017; BRITO et al., 2017a). O leite é uma importante fonte alimentar da maioria dos sais minerais necessários para o desenvolvimento dos indivíduos jovens, como cálcio, fósforo, potássio e zinco. O cálcio e o fósforo do leite apresentam alta disponibilidade, em parte porque se encontram associados à caseína. Por isso, o leite é a melhor fonte de cálcio para o crescimento ósseo dos indivíduos jovens e para a manutenção da integridade dos ossos dos adultos (BRASIL, 2002; BRASIL, 2011; BRASIL 2005; CARVALHO, 2017; DUTRA, MARCHINI, 2008; BRITO et al., 2017a). Ele também é fonte das vitaminas A (retinol), B1 (tiamina), B2 (riboflavina), vitamina B5 (ácido pantotênico), vitamina B9 (folato), vitamina B12 (cobalamina), e mais de dez vitaminas diferentes do complexo B. (DUTRA, MARCHINI, 2008; BRITO et al., 2017a; CARVALHO, 2017).

Por ser considerado completo, os nutricionistas recomendam à população a ingestão de 2 a 3 porções diárias de leite e derivados (DUTRA, MARCHINI, 2008). A concentração dos nutrientes na porção pode variar, pois são influenciados pela raça do gado, saúde do animal, e por fatores do ambiente em que o rebanho é criado, como temperatura, época da ordenha e alimentação dada ao gado (WESCHENFELDER et al., 2016). Dessa forma, a composição

centesimal pode ser divergente entre as marcas, porém sempre deve obedecer aos intervalos de valores regulamentados pela Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA) e pelo Ministério da Agricultura e Pecuária e Abastecimento (MAPA)

No que diz respeito às normativas que visam regulamentar padrões de qualidade do leite no Brasil, a legislação sanitária federal vigente sobre a produção, identidade e qualidade do leite é a Instrução normativa nº 51 de 18 de setembro de 2002, acrescentada pela instrução normativa nº 62 de 29 de dezembro de 2011 do MAPA, e pela resolução nº 65 de 2005, que regulamenta a inspeção sanitária e industrial para leite e seus derivados (BRASIL, 2002; BRASIL, 2005; BRASIL, 2011).

De acordo com a legislação, o leite de vaca é classificado como tipo A, B ou C podendo ser comercializado como leite cru refrigerado ou leite pasteurizado (Tabela 1).

O leite pasteurizado deve ser produzido a partir do leite cru, que é resfriado na granja leiteira, obedecendo às especificações técnicas quanto a sua ordenha, armazenamento e transporte (BRASIL, 2002; BRASIL, 2011; BRASIL 2005).

O regulamento da inspeção sanitária e industrial para leite e seus derivados define pasteurização como:

Art. 42. Pasteurização é o emprego do calor por determinado período de tempo com o propósito de destruir totalmente a flora microbiana patogênica, sem provocar alterações sensíveis da constituição física e do equilíbrio químico do leite ou prejudicar seus elementos bioquímicos ou interferir em suas características organolépticas normais (BRASIL, 2005).

Tabela 1: Características dos leites tipos A, B, C.

	Leite Tipo A	Leite Tipo B	Leite Tipo C
Ordenha	Mecânica e controlada na própria fazenda leiteira.	Mecânica e controlada por várias fazendas leiteiras.	Mecânica ou manual de várias fazendas leiteiras.
Rebanho	Rebanho da própria fazenda.	Rebanho de diversas fazendas.	Rebanho de diversas fazendas.
Processo de Pasteurização	Realizado na granja leiteira.	Encaminhado para pasteurização na indústria em caminhões tanques.	Encaminhado para pasteurização na indústria em caminhões tanques.
Processo de Embalagem	Envasado na granja leiteira.	Realizado na indústria.	Realizado na indústria.

Fonte: Adaptado de BRASIL (2002).

A pasteurização pode ser feita de três formas diferentes. A pasteurização lenta ou *Low Temperature Long Time* (LTLT) é realizada em baixa temperatura por um longo tempo - a temperatura chega a 63°C por cerca de 30 minutos. Na pasteurização rápida ou *High Temperature Short Time* (HTST), o leite é submetido a alta temperatura por um curto tempo (aproximadamente 71.5 °C por 15 segundos). Já na pasteurização ultrarrápida, ou *Ultra High Temperature* (UHT) o leite é exposto a temperaturas altas (superiores a 130°C) durante um curto período (máximo de 5 segundos), em fluxo contínuo. E em seguida, resfriado rapidamente a temperatura inferior a 32°C e envasado sob condições assépticas, em embalagens estéreis e hermeticamente fechadas (BRASIL, 2011; BRASIL, 1997; FELLOWS, 2006; PALUDO, COELHO, 2014).

Para garantir a procedência e a qualidade do leite que chega até os consumidores, o MAPA junto à ANVISA fiscalizam a qualidade do leite, realizando testes físico-químicos, microbiológicos e sensoriais segundo as determinações da Instrução Normativa número 68 de 12 de dezembro de 2006 do MAPA (CARVALHO et al., 2017; SILVA et al., 2016)

Através dos testes físico-químicos e sensoriais estabelecidos é possível identificar irregularidades, como adição fraudulenta de substâncias. Dentre essas substâncias as mais comuns são água, sacarose, amido, formol e peróxido de hidrogênio. A finalidade da adição é aumentar o volume do leite ordenhado, mascarar substâncias indesejadas, prevenir a proliferação de microrganismos, aumentando a vida útil do leite, e corrigir propriedades físicas como, por exemplo, a densidade (ANDRADE et al., 2013a; BRASIL, 2005; SILVA, et al., 2016; FERNANDES, MARICATO, 2010). Os testes físico-químicos também avaliam se os valores nutricionais do produto condizem com os descritos na embalagem. Já os testes microbiológicos são feitos para observar se o leite analisado possui bactérias que podem ser prejudiciais à saúde do consumidor (BRASIL, 2013).

Apesar da existência de legislações e diversas agências e programas fiscalizadores no Brasil, já foram identificados vários casos de adulteração e fraude no leite (ADRIANO et al., 2017). Para garantir o direito e a segurança do consumidor brasileiro, as fiscalizações são constantes e de responsabilidade da ANVISA e MAPA. Estes órgãos fiscalizam desde o processo da produção até o produto acabado que chega ao consumidor (BRASIL, 2013).

Quando os resultados não atendem aos padrões de qualidade exigidos, o lote do produto é retirado de circulação e fica proibida sua comercialização por tempo indeterminado, até que a indústria responsável pela fabricação do produto corrija os erros (BRASIL, 2013). Após a correção, a indústria é submetida a uma nova fiscalização onde são feitos os testes em

consecutivas amostras para analisar se houve adequação das irregularidades (BRASIL, 2013; SILVA et al., 2016).

Por ser um alimento muito consumido no Brasil e possuir um histórico de fraude, esse trabalho teve como objetivo avaliar a qualidade do leite UHT comercializado em Vitória, ES, representado por três diferentes marcas procedentes de estados diferentes.

Por meio de análises físico-químicas e organolépticas, foi avaliado se a composição e o teor das substâncias presentes nas amostras estavam de acordo com as informações descritas no rótulo do produto e se atendiam à legislação vigente. Também foi pesquisada a presença dos principais aditivos.

METODOLOGIA

Essa pesquisa é classificada como estudo experimental, que visa expor as amostras de leite UHT de diferentes marcas aos ensaios utilizados para a determinação da qualidade do leite, segundo o órgão regulamentador MAPA. Três marcas de leites UHT comercializadas em grandes redes de mercados da cidade de Vitória, ES, foram submetidas aos testes e aqui foram identificadas como 1, 2 e 3. Para realização dos ensaios, foram adquiridos seis litros de leite, todos de um mesmo lote de cada marca. As amostras foram compradas em um supermercado do município no mês de agosto de 2017. Depois de adquiridas, elas foram armazenadas de acordo com as especificações determinadas nos rótulos de cada embalagem.

As análises foram efetuadas em triplicata, nos laboratórios de bioquímica da Faculdade Brasileira – Multivix, situada no bairro de Goiabeiras, Vitória, ES. Os procedimentos foram realizados conforme os protocolos descritos no manual do Instituto Adolfo Lutz, Métodos Físico-Químicos de Análise de Alimento (MFQAA) e no Métodos de Ensaio de Produtos de Origem Animal (METPOA) (ANDRADE et al., 2013a; ZENEBON, 2008).

Dentre os testes organolépticos, foram avaliados: cor, odor, sabor e aspectos do leite. Para isso, uma porção de cerca de 30 ml das amostras foram adicionadas em placas de Petri e analisadas sob luz branca e temperatura ambiente controlada de 25°C (PALUDO, COELHO, 2014; MENDES, 2009).

Já nos testes físico-químicos, foram realizadas as seguintes análises: determinação de peróxido de hidrogênio com iodeto, determinação de acidez em ácido láctico, identificação de amido e sacarose, determinação de glicídios redutores em lactose, determinação de extrato

seco total, identificação de formol, determinação de densidade, determinação de resíduo seco por incineração e identificação de peroxidase.

Determinação de densidade a 15 °C - Para determinação de densidade, foi adicionado em uma proveta, de 250 ml de capacidade, 200 ml da amostra de leite já homogeneizado com temperatura entre 10-20°C. Em seguida, introduziu-se o termolactodensímetro e após sua estabilização foi realizada a leitura da temperatura e da densidade (ANDRADE et al., 2013a; ZENEBON, 2008). A densidade do leite varia entre 1,028 e 1,033 g/ml, e valores inferiores a 1,028g/ml indicam suspeita de adição de água; valores superiores a 1,033 g/ml sugerem adição de reconstituintes. Porém de acordo com Brito et al. (2017b), valores de densidade entre 1,023 e 1,044 g/ml são considerados aceitáveis (BRITO, et al, 2017b; BRASIL, 2002; BRASIL 2011; BRASIL, 2005).

Determinação de acidez em ácido láctico - Para determinação de acidez em ácido láctico, foram adicionados 10 ml da amostra em um Erlenmeyer e acrescentado 5 gotas de fenolftaleína. Em seguida procedeu-se a titulação com NaOH 0,1 M até que a amostra obtivesse a coloração rosa claro. O volume gasto de NaOH foi usado na fórmula abaixo (ANDRADE et al., 2013b; ZENEBON, 2008):

$$\frac{V \times F \times 0,9}{A} = \text{ácido láctico por cento m/v}$$

A

V = Número de ml de NaOH

F = Fator de Correção de NaOH

A = Número de ml da amostra

0,9 = fator de conversão para ácido láctico

Valores aceitáveis de acidez titulável ou acidez em ácido láctico devem ser entre 0,14 a 0,18 % (BRASIL, 2002; BRASIL, 2011; BRASIL, 2005; ANDRADE et al., 2013b).

Determinação de extrato seco total - Este ensaio foi realizado segundo os Métodos de Ensaio de Produtos de Origem Animal (2013). Resumidamente, 5 ml de amostra foram colocadas em cápsula de porcelana, procedida secagem sob brando aquecimento em chapa aquecedora e em seguida foram levados para estufa com temperatura aproximada de 105°C durante três horas. Após resfriamento em dessecador, foi realizada a pesagem. O conjunto voltou à estufa a 105°C por 30 minutos e o procedimento foi repetido até que se obtivesse peso constante (ANDRADE et al., 2013c).

$$\frac{100 \times P}{A} = \% \text{ resíduo seco por cento m/v}$$

A

P = n° de g de resíduo seco

A = n° de ml da amostra

Determinação de glicídios redutores em lactose - Em balão volumétrico de 100 ml foi adicionado 10 ml da amostra e acrescentado 50 ml de água, 2 ml de sulfato de zinco 30% e 2 ml de ferrocianeto de potássio 15% e realizado homogeneização após o acréscimo de cada reagente. Aguardou-se 5 minutos para sedimentação e em seguida foi completado o volume com água e realizada filtragem. Em outro balão volumétrico foi adicionado 10 ml de cada solução de Fehling, 40 ml de água e aquecido até ebulição. A titulação foi feita com o filtrado, mantendo a ebulição, até que houvesse viragem da cor azul para incolor com o fundo do balão apresentando coloração vermelho tijolo (ZENEON, 2008; ANDRADE et al., 2013d).

O teor de glicídios redutores em lactose foi calculado da seguinte forma:

$$\frac{V \times 0,068 \times 100}{L \times v} = \% \text{ glicídios redutores em lactose}$$

0,068 = nº de g de lactose que corresponde a 10 ml da solução de Fehling.
v = nº de ml da solução da amostra, gasto na titulação.
L = nº de ml da amostra.
V = nº de ml da diluição da amostra.

Determinação de Resíduo Mineral Fixo (RMF) - 5 g da amostra foram colocadas em cadinho e carbonizadas completamente no bico de Bunsen. Em seguida as amostras foram levadas à mufla a cerca de 550°C por 2 horas. O resultado deve ser um resíduo branco/acinzentado. Após resfriamento em dessecador, foi realizada a pesagem até peso constante (ANDRADE et al., 2014).

$$\frac{(M2 - M1) \times 100}{M0} = \% \text{ RMF}$$

M2= massa do cadinho com amostra após a incineração, em gramas;
M1= massa do cadinho vazio, em gramas;
M0= massa da amostra, em gramas.

Avaliação da eficácia de pasteurização do leite: teste de atividade da peroxidase - Para identificar a presença de peroxidase, foram adicionados 10 ml de amostra em um tubo de ensaio e levado ao banho-maria a 43°C por 5 minutos. Em seguida foram adicionados 2 ml de guaiacol e 3 gotas de peróxido de hidrogênio. A mudança de cor para salmão é indicativa de que a amostra é positiva para presença de peroxidase (ANDRADE et al., 2013i; ZENEON, 2008).

Pesquisa de aditivos – Para identificar a presença de amido, foram adicionados em um béquer 10 ml de amostra e aquecidos até ebulição. Após resfriamento das amostras foram adicionadas duas gotas de lugol. Na presença de amido o líquido deve apresentar coloração azulada (ANDRADE et al., 2013e; ZENEON, 2008).

Já para identificar a presença de sacarose foram adicionados 15 ml da amostra em um tubo de ensaio, e em seguida foi acrescentado 1 ml de ácido clorídrico e 0,1 g de resorcina. As amostras foram levadas para banho-maria por 5 minutos. A mudança de coloração para um tom avermelhado indica presença de sacarose nas amostras (ANDRADE et al., 2013f; ZENEON, 2008).

No procedimento de identificação de peróxido de hidrogênio com iodeto foram adicionados 2 ml da amostra, 2 ml ácido clorídrico 1% e 2 ml de iodeto de potássio 10% em um tubo de ensaio e levado ao banho-maria durante 2 minutos. Após as amostras serem resfriadas, foram adicionados 2 ml de solução de amido. A mudança de coloração para um tom azulado é considerada positiva para presença de peróxido (ANDRADE et al., 2013g; ZENEON, 2008).

Para realizar identificação de formaldeído foram adicionados em um tubo de ensaio 5 ml da amostra, 1 ml de ácido sulfúrico e 1 gota de cloreto férrico a 1%. A mudança de coloração para tons rosados indica presença de formol (ANDRADE et al., 2013h; ZENEON, 2008).

RESULTADOS E DISCUSSÃO

CARACTERÍSTICAS ORGANOLÉPTICAS

As três marcas apresentaram cor branca, odor *sui generis*, aspecto característico do leite sem presença de grânulos. Todos os quesitos em conformidade com a instrução normativa nº 62 (BRASIL, 2011). No parâmetro sabor, houve um pouco de diferença entre as marcas, onde a marca 1 apresentou um sabor mais adocicado que as demais (quadro 2). Isso é normal tendo em vista que a composição do leite pode variar por diversos motivos, como raça da vaca, condições ambientais e da alimentação do gado. O estágio de lactação também influencia, por exemplo, no colostro e o conteúdo de proteína é maior, e o de lactose encontra-se reduzido (BRITO et al., 2017a). Tudo isso pode interferir diretamente no sabor do leite.

Os resultados obtidos na análise organoléptica são apresentados na tabela 2.

Tabela 2 - Características organolépticas dos leites analisados de três marcas em Vitória, ES.

	Marca 1	Marca 2	Marca 3
Aspecto	Opaco, sem presença de grânulos, flocos e coágulos	Opaco, sem presença de grânulos, flocos e coágulos	Opaco, sem presença de grânulos, flocos e coágulos
Cor	Branco	Branco	Branco
Sabor	Característico; adocicado	Característico; levemente adocicado	Característico; levemente adocicado
Odor	Odor suave	Odor suave	Odor suave

PESQUISA DE ADITIVOS

Segundo a legislação, é proibida a adição de qualquer substância química usada com finalidade de conservação ou que altere as características originais, como por exemplo, formol, sacarose, amido, peróxido de hidrogênio e água (BRASIL, 2002; BRASIL, 2011; BRASIL 2005). Os resultados da pesquisa de aditivos estão sumarizados na tabela 3.

O formaldeído é usado com finalidade de inibir o crescimento de bactérias ou mascarar qualquer adulteração causada por enzimas. Em leites e derivados ele também pode ser utilizado como conservante (ADRIANO et al., 2017). Ao realizar a análise qualitativa não foi identificada a presença de formol em nenhuma das marcas investigadas (BRASIL, 2005).

Nos testes de identificação de amido e de sacarose com resorcina, quando positivos, as amostras devem apresentar mudança de coloração para azul e tons avermelhados, respectivamente. As marcas aqui testadas não apresentaram mudança de coloração, assim indicando serem amostras negativas para presença de amido e sacarose (BRASIL, 2005; ZENEBOM, 2008).

O peróxido de hidrogênio é usado para prevenir a proliferação de microrganismos, naturalmente presentes no leite. Estes microrganismos provocam a hidrólise da lactose com produção de ácido lático. O aumento da acidez causa a precipitação da caseína, tornando o leite impróprio para consumo (ANDRADE et al., 2013g). Após análise, o resultado obtido foi negativo para presença de peróxido de hidrogênio (BRASIL, 2005).

A redução dos valores de densidade no leite UHT está relacionada com o acréscimo de água com o intuito de aumentar o volume do leite e mascarar a presença de substâncias

indesejadas. Alguns casos em que a água é adicionada juntamente com outras substâncias, como sal, amido ou sacarose o teste de densidade não é capaz de identificar a presença de água (BRASIL, 2005). Como nas amostras avaliadas não foram detectadas presença de amido ou sacarose, procedemos a análise da densidade. Após a aferição da densidade com termolactodensímetro, as três amostras testadas obtiveram valores de densidade dentro do intervalo preconizado pela legislação vigente: de 1,028 a 1,033 g/ml.

Além das determinações mencionadas, para controle de qualidade do leite pasteurizado, as provas de fosfatase e peroxidase devem, também, ser efetuadas. A peroxidase é uma enzima que não deve estar presente em leites UHT, pois ela é inativada a temperaturas superiores a 85°C. Como no processo de pasteurização UHT as temperaturas podem atingir até 150°C, espera-se que num processo bem executado ocorra a inativação da enzima. Nos processos de pasteurização LTLT e HTST a temperatura não ultrapassa 80°C, assim a enzima permanece ativa (ANDRADE et al. 2013i). Todas as amostras testadas mostram resultado negativo para a presença de peroxidase, indicando que o processo de pasteurização UHT foi realizado de forma correta nas três indústrias (BRASIL, 2005).

A fosfatase alcalina é uma enzima hidrolítica natural do leite cru, sendo sensível às temperaturas de pasteurização. A medida da fosfatase residual é uma informação da eficiência da pasteurização (ANDRADE et al., 2013k). No entanto, a prova de fosfatase não pode ser realizada por falta de alguns reagentes necessários para a reação.

Na Tabela 3 estão descritos os resultados obtidos nos testes de identificação de formol, identificação de amido e sacarose, identificação de peróxido de hidrogênio, peroxidase e densidade.

Tabela 3 - Resultados dos testes pesquisa de aditivos, prova de peroxidase e densidade em três marcas de leites analisados, Vitória, ES.

Análise	Padrão	Marca 1	Marca 2	Marca 3
Formol	Negativo	Negativo	Negativo	Negativo
Amido	Negativo	Negativo	Negativo	Negativo
Sacarose	Negativo	Negativo	Negativo	Negativo
Peróxido de hidrogênio	Negativo	Negativo	Negativo	Negativo
Peroxidase	Ausente	Ausente	Ausente	Ausente
Densidade (g/ml)	1, 028 a 1,033	1,028	1,030	1,030

DETERMINAÇÃO DE EXTRATO SECO E RESÍDUO MINERAL FIXO

A determinação de extrato seco total é um importante teste para estimar a porcentagem de matéria sólida presente no leite. Essa matéria seca é composta majoritariamente de gordura, caseína, albumina e lactose, e engloba cerca de 13%; os outros 87% são o teor de água do leite (BRITO et al., 2017a). A legislação brasileira preconiza que o teor mínimo de sólidos totais presente seja de 11,4%. Valores inferiores indicam a adição de água de forma ilegal (BRASIL, 2005, BRASIL, 2011; FERNANDES, MARICATO, 2010). Dentre os leites analisados, a marca 2 apresenta valor no limite do valor de referência, e as demais marcas apresentaram valores inferiores aos exigidos (Tabela 4).

Outro importante método para detecção da quantidade de nutrientes presentes no leite é a determinação de resíduo mineral fixo. Através desse teste pode-se indicar a quantidade de elementos minerais contidos na amostra de leite como cálcio, magnésio, cloro, fósforo, potássio e sódio (ANDRADE et al., 2014). A legislação não possui valores estabelecidos para o teor de cinzas, porém sua determinação é importante para a determinação centesimal dos constituintes presentes no leite. Para a maioria das marcas brasileiras, os valores variam entre 0,65 a 0,85% (BRASIL, 2005, BRASIL, 2011; ANDRADE et al., 2014). As marcas aqui analisadas apresentaram valores entre 0,51 a 0,62% (Tabela 4).

Tabela 4 – Valores de extrato seco total e resíduo mineral fixo encontrados nas amostras das marcas de leite, Vitória, ES.

	Valor de referência	Marca 1	Marca 2	Marca 3
Extrato Seco Total	>11,4%	11,35%	11,48%	10,22%
Resíduo Mineral Fixo	0,65 a 0,85%	0,62%	0,57%	0,51%

Alguns fatores podem ter contribuído para os valores abaixo do esperado para as análises extrato seco total e resíduo mineral fixo encontrados nas amostras. O primeiro deles é que pode ter havido perda de analito durante o pré-aquecimento em chapa aquecedora e carbonização em bico de Bunsen. Para atenuar isso, deve-se manter a chama branda evitando a ignição espontânea ou projeção da amostra. Ainda durante a carbonização, utilizou-se espátula metálica para homogeneizar o processo, e é possível que uma parte tenha ficado presa à espátula. Outro aspecto, a faixa de temperatura do forno mufla especificada na

metodologia é de 550°C e não deve ser ultrapassada, pois em temperaturas mais elevadas pode ocorrer a perda de cloretos por volatilização (ANDRADE et al., 2014). Durante o procedimento, a temperatura do forno foi programada no painel da mufla e como não dispúnhamos de termômetro com capacidade superior a 200°C, a temperatura não foi averiguada durante o ensaio.

A lactose é o principal carboidrato presente no leite, envolvido nos processos de fermentação e maturação, que contribui para aspectos como odor, sabor e valor nutricional. Ela pode ser fermentada por ação de microrganismos com formação de ácidos orgânicos, como o ácido láctico, resultando assim na acidez adquirida, que junto com a acidez natural formam a acidez total do leite (ANDRADE et al., 2013b). Logo que ordenhado, o leite apresenta uma leve acidez natural, sendo o valor do pH do leite inversamente proporcional ao valor da acidez, ou seja, quanto menor o pH maior ser o valor da acidez titulável, um leite de boa qualidade deve apresentar valor de pH entre 6,6 e 6,8, e sua acidez titulável entre 0,14 e 0,18% (ANDRADE et al., 2013b). Entre as amostras analisadas, todas as marcas apresentaram o valor da acidez em ácido láctico superior a 0,18% (Tabela 5).

A acidez do leite pode ser influenciada por vários fatores como, por exemplo, alimentação do animal, fator racial, estágio da lactação, temperatura ambiental, condições de estresse do animal, estação do ano, mastite e saúde geral da vaca, frequência e técnica de ordenha, entre outras (ANDRADE et al., 2013b). Estes fatores exercem um maior ou menor efeito sobre a composição do leite. Por isto, é necessário bastante critério no julgamento da qualidade de um leite, simplesmente baseado neste ensaio.

Para evitar erros nos ensaios de acidez titulável, algumas precauções devem ser tomadas. A titulação deve ser realizada entre 20 e 30 segundos para evitar que o fosfato presente no leite na forma de fosfato dicálcico, mediante a adição de NaOH, converta em fosfato tricálcico e, finalmente, em ácido fosfórico. Por esse motivo, se a titulação for demorada, aumenta a acidez da amostra. Deve-se também evitar variação de temperatura, pois a hidrólise da gordura libera ácidos graxos aumentando a acidez titulável (ANDRADE et al., 2013b).

Por fim, foi realizado a determinação dos glicídios redutores em lactose. Quimicamente, os carboidratos lactose, glicose e galactose apresentam poder redutor, ou seja, sofrem oxidação de suas funções aldeído para ácidos aldônicos enquanto ocorre a redução do reagente oxidante (cobre II) presente na solução de Fehling (ANDRADE et al., 2013d). A redução provoca formação do óxido de cobre I, precipitado de cor vermelho tijolo. O

resultado é expresso em lactose, pois este é o principal carboidrato presente no leite. Na legislação brasileira, o teor mínimo de lactose no leite fluido é de 4,3% (BRASIL, 2005, BRASIL, 2011). Nas nossas determinações, apenas a marca 1 ficou no limite do valor de referência. As marcas 2 e 3 tiveram valores acima do preconizado (Tabela 5).

Nessa reação, o ponto final da titulação é crucial: o ponto de viragem do indicador azul de metileno muda a cor da solução de azul para incolor no ponto de viragem. A solução fica incolor, mas como ocorre a formação de um precipitado de cor tijolo, a cor visível da viragem é de azul para vermelho tijolo (ANDRADE et al., 2013d).

Tabela 5 - Valores de acidez em ácido láctico e glicídios redutores em lactose encontrados nas amostras de marcas de leite, Vitória, ES.

	Valor de referência	Marca 1	Marca 2	Marca 3
Acidez em Ácido Láctico	0,14 a 0,18%	0,20%	0,20%	0,19%
Glicídios Redutores em Lactose	>4,3%	4,26%	5,02%	6,90%

CONCLUSÃO

Avaliando os resultados obtidos notou-se que nos testes organolépticos as três marcas analisadas se enquadram nos padrões de qualidade exigidos pela fiscalização. Já nos testes físico-químicos, foram encontradas alterações para as três amostras testadas nos quesitos: acidez titulável em ácido láctico, resíduo mineral fixo e extrato seco total. Essas alterações não inviabilizam o consumo das marcas e, como já discutido, podem ser devido a características intrínsecas do leite, cuja composição não é fixa e varia muito com o estado nutricional, condições do ambiente de criação da vaca, entre outros. Além disso, podem ter sido causadas pelo preparo incorreto dos reagentes, erro na execução do protocolo de análise ou no momento da interpretação dos resultados pelos analistas. Atendendo às exigências da legislação, temos como perspectiva repetir os ensaios que estiveram fora da faixa normal utilizando novas alíquotas de cada marca e metodologias mais sensíveis e específicas para cada determinação pesquisada.

REFERÊNCIAS

ADRIANO, J. C et al. Métodos para identificação de formol no leite integral UHT (Ultrapasteurizado) correlacionados. *Revista Eletrônica Multidisciplinar FACEAR*, ano 6, 2017.

ANDRADE, R. B; OLIVEIRA, T. C. DE; KICH, J. N. *Determinação da densidade em leite fluido com uso do termolactodensímetro*. Método de Ensaio de Produto de Origem Animal (METPOA), Rio Grande do Sul, 2013a.

ANDRADE, R. B; OLIVEIRA, T. C. DE; KICH, J. N. *Determinação de acidez titulável em leite fluido*. Método de Ensaio de Produto de Origem Animal (METPOA), Rio Grande do Sul. 2013b.

ANDRADE, R. B; OLIVEIRA, T. C. DE; KICH, J. N. *Determinação do extrato seco total e desengordurado em leite fluido por método gravimétrico*. Método de ensaio de produto de origem animal (METPOA), Rio Grande do Sul. 2013c.

ANDRADE, R. B; OLIVEIRA, T. C. DE; KICH, J. N. *Determinação de glicídios redutores em lactose pelo Método de Lane-Eynon em Leite*. Método de ensaio de produto de origem animal (METPOA), Rio Grande do Sul. 2013d.

ANDRADE, R. B; OLIVEIRA, T. C. DE; KICH, J. N. *Determinação qualitativa de amido em produtos lácteos*. Método de ensaio de produto de origem animal (METPOA), Rio Grande do Sul. 2013e.

ANDRADE, R. B; OLIVEIRA, T. C. DE; KICH, J. N. *Determinação qualitativa de sacarose em produtos lácteos*. Método de ensaio de produto de origem animal (METPOA), Rio Grande do Sul. 2013f.

ANDRADE, R. B; OLIVEIRA, T. C. DE; KICH, J. N. *Pesquisa de peróxido de hidrogênio em leite fluido pelo método de Guaiacol*; Método de Ensaio de Produto de Origem Animal (METPOA), Rio Grande do Sul, Junho de 2013g.

ANDRADE, R. B; OLIVEIRA, T. C. DE; KICH, J. N. *Pesquisa de formaldeído em leite*. Método de ensaio de produto de origem animal (METPOA), Rio Grande do Sul. 2013h.

ANDRADE, R. B; OLIVEIRA, T. C. DE; KICH, J. N.. *Pesquisa de peroxidase em leite fluido*, Método de Ensaio de Produto de Origem Animal (METPOA), Rio Grande do Sul. 2013i.

ANDRADE, R. B; OLIVEIRA, T. C. DE; KICH, J. N. *Determinação do extrato seco total e extrato seco desengordurado em Leite fluido por método gravimétrico*; Método de Ensaio de Produto de Origem Animal (METPOA), Rio Grande do Sul, 2013j.

ANDRADE, R. B; OLIVEIRA, T. C. DE; KICH, J. *Pesquisa de fosfatase alcalina em leite fluido por colorimetria*. Método de Ensaio de Produto de Origem Animal (METPOA), Rio Grande do Sul. 2013k.

ANDRADE, R. B; OLIVEIRA, T. C. DE; KICH, J. *Determinação do resíduo mineral fixo em leite e derivados lácteos*. Método de Ensaio de Produto de Origem Animal (METPOA), Rio Grande do Sul. 2014.

BRASIL, 2011. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. *Instrução normativa Nº 51, de 18 de setembro de 2002*. Departamento de Inspeção de Produto de Origem Animal. Brasília, 2002. Diário Oficial da União, Brasília.

BRASIL, Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. *Instrução normativa Nº 62, de 29 de dezembro de 2011*. Departamento de Inspeção de Produto de Origem Animal. Brasília. Diário Oficial da União, Brasília. 2011.

BRASIL. Ministério da Agricultura, pecuária e abastecimento. *Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade do Leite UHT (uat)*. Portaria n 370.de 04 de Setembro de 1997. Diário Oficial da União, Brasília. 1997.

BRASIL. Ministério da Agricultura, pecuária e abastecimento. *Regulamento da Inspeção Sanitária e Industrial Para Leite e Derivados*. Resolução n 065 de 2005. Diário oficial da União, Brasília. 2005.

BRASIL. Ministério da Agricultura, pecuária e abastecimento. REGULAMENTO TÉCNICO DE IDENTIDADE E QUALIDADE DE BEBIDA LÁCTEA Instrução Normativa Nº 16 de 23 de agosto de 2005. Departamento de Inspeção de Produto de Origem Animal. Brasília, 2005. Diário Oficial da União, Brasília. 2005. BRASIL, Agência Nacional de Vigilância Sanitária. *Anvisa avalia risco da presença de formol e ureia no leite*. Brasília. 2013.

BRITO, M. A.et al. *Composição*. Agência de Informação EMBRAPA, Agronegócio do leite. 2017a.

BRITO, M. A et al. *Densidade relativa*. Agencia de Informação EMBRAPA, Agronegócio do leite. 2017b.

CARVALHO, L. A. et al. *Importância econômica*. Embrapa. 2017.

DUTRA, J. E. O.; MARCHINI, J. S. *Ciências nutricionais: Aprendendo a Aprender*. 2. ed. São Paulo: Savier, 2008, 760p.

FELLOWS, P. J. *Tecnologia do processamento de alimentos: Princípios e práticas*. 2. ed. Porto Alegre: Artmed, 2006, 602p.

FERNANDES, V. G; MARICATO, E. Análises físico-químicas de amostras de leite cru de um laticínio em Bicas, MG, *Rev. Inst. Latic. Cândido Tostes*: n. 375, 65, 3:10. Jul/Ago, 2010.

MENDES, C. G.; SILVA, J. B. A.; ABRANTES, M. R. *Caracterização organoléptica, físico-química e microbiológica do leite de cabra: uma revisão*. Acta Veterinária Brasileira, v.3, n.1, p.5-12. 2009

PALUDO, G. B.; COELHO, K. O. Análise sensorial do leite UHT em grupo: Avaliar a qualidade e a vida de prateleira no setor de lácteos. *Enciclopédia biosfera*, Centro Científico Conhecer - Goiânia, v.10, n.18; p. 2014.

SILVA, O. H.; AGUIAR, C. E. G.; ROSSI, G. A. M.; VIDAL, A. M. C.. Adulteração do leite com adição de água por fornecedores de um laticínio do município de Conceição do Araguaia, estado do Pará, Brasil. *Revista de Educação Continuada em Medicina Veterinária e Zootecnia do CRMV-SP*, v. 14, n. 3. 2016.

SOARES, F. A. C. *Composição do leite: Fatores que Alteram a Qualidade Química*. Pós-Graduação em Ciências Veterinárias Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Rio Grande do Sul, 2013. 7p.

VALSECHI, O. A. 2001. *Leite e seus derivados*. Universidade Federal de São Carlos, Centro de Ciências Agrárias. São Paulo: Araras. 2011, 35p.

WESCHENFELDER, et al. *Avaliação da rotulagem nutricional e das características físico-químicas e microbiológicas de leite pasteurizado e leite UHT*. Indústr. Anim., Nova Odessa, v.73, n.1 p.32-38, 2016.

ZENEBOM, O.; PASCUET N. S.; TIGLEA, P. *Métodos físico-químicos para análise de alimentos*. 4. ed. 1ª edição digital São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, p. 1020, 2008.