

EDITORAS:

Márcia Alves de Medeiros Gorodicht e Liris Kindlein

Testes para Controle de Qualidade e Combate a

Fraudes em Indústria de Lácteos



M
MÉRIDA
PUBLISHERS

EDITORAS:

Márcia Alves de Medeiros Gorodicht e Liris Kindlein

Testes para Controle de Qualidade e Combate a

***Fraudes em Indústria
de Lácteos***

Canoas
2023



Testes para Controle de Qualidade e Combate a Fraudes em Indústria de Lácteos

© 2023 Mérida Publishers

<https://doi.org/10.4322/mp.978-65-84548-13-8>

Editoras

Márcia Alves de Medeiros Gorodicht

Liris Kindlein

Adaptação da capa e desenho gráfico

Luis Miguel Guzmán

Foto da capa

Elaborado em DALL-E com IA

Foto da contracapa

Freepik.com



Canoas - RS - Brasil

contact@meridapublishers.com

www.meridapublishers.com

Todos os direitos autorais pertencem a Mérida Publishers. A reprodução total ou parcial dos trabalhos publicados, é permitida desde que sejam atribuídos créditos aos autores.



Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP) (eDOC BRASIL, Belo Horizonte/MG)

G672t Gorodicht, Márcia Alves de Medeiros.
Testes para controle de qualidade e combate a fraudes em indústria de lácteos / Márcia Alves de Medeiros Gorodicht, Liris Kindlein. – Canoas, RS: Mérida Publishers, 2023.

Formato: PDF

Requisitos de sistema: Adobe Acrobat Reader

Modo de acesso: World Wide Web

Inclui bibliografia

ISBN 978-65-84548-13-8

1. Leite – Produção – Brasil. I. Kindlein, Liris. II. Título.

CDD 637.10981

Elaborado por Maurício Amormino Júnior – CRB6/2422

Apresentação

A qualidade do leite consumido no Brasil é uma preocupação comum a técnicos e a autoridades ligadas à área de saúde e de laticínios. Isso deve por ser um alimento altamente perecível e suscetível à contaminação por bactérias, microrganismos patogênicos, resíduos de medicamentos veterinários e substâncias químicas prejudiciais à saúde humana. Além disso, a adulteração do leite com água ou outros ingredientes é uma prática ilícita que compromete a integridade do produto.

Conforme Decreto nº 9.013 de 2017, e segundo o Manual de Inspeção de Leite e Derivados Lácteos (MAPA), todos os estabelecimentos sob SIF são obrigados a implementar os programas de autocontrole (PAC), que se definem como programas desenvolvidos, com procedimentos descritos, implantados, monitorados e verificados pela indústria, com vistas a assegurar a inocuidade, a identidade, a qualidade e a integridade dos seus produtos.

Neste contexto, a elaboração deste livro (didático) tem o objetivo de colaborar com a aprendizagem dos estudantes e profissionais que têm interesse na área de Controle de Qualidade e Combate a Fraudes no leite.

As informações, aqui contidas visam atender os requisitos previstos na Instrução Normativa MAPA nº 76, de 26 de novembro de 2018, e Instrução Normativa MAPA nº 77, de 26 de novembro de 2018 e demais legislações vigentes e se aplicam aos estabelecimentos sob inspeção oficial do Brasil.

Elaborou-se a presente publicação com a intenção de torná-la subsídio valioso, de modo a facilitar a sua caminhada na trajetória a ser percorrida como um profissional na área de lácteos.

Bons estudos e sucesso na sua carreira!

Editoras

Márcia Alves de Medeiros Gorodicht

Médica Veterinária, Doutora em Medicina Veterinária pela Universidade Federal de Campina Grande (UFCG) e Pós-doutoranda do Programa em Ciências Veterinárias da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS). É professora do Curso de Graduação em Medicina Veterinária da UniRitter na área de Inspeção e Tecnologia de Produtos de Origem Animal.

Liris Kindlein

Médica Veterinária, Doutora em Ciência Animal e Pastagens pela Universidade de São Paulo. Pós-doutora em Ciência Animal-Zootecnia pela Universidade de São Paulo e em Animal Science pela University of California. É Professora do Departamento de Medicina Veterinária Preventiva da Faculdade de Veterinária e Inspeção e Tecnologia de Produtos de Origem Animal da UFRGS.

Índice

1. Contextualização e legislação vigente.....	7
2. Controle da matéria-prima (Leite Cru)	9
3. Avaliação dos Parâmetros físico-químicos do leite cru refrigerado ...	12
3.1. Medição de pH (potencial hidrogeniônico).....	13
3.2. Teste do Alizarol.....	14
3.3. Acidez titulável	18
3.4. Avaliação da densidade.....	20
3.5. Gordura	22
3.6. EST e ESD	25
3.7. Índice crioscópico.....	25
4. Resquícios de sangue e antimicrobianos	28
5. Detecção de reconstituintes de densidade	31
5.1. Detecção de álcool.....	31
5.2. Detecção de sacarose.....	32
5.3. Detecção de amido	33
5.4. Detecção de cloretos.....	34
6. Detecção de conservantes/ inibidores de crescimento	36
6.1. Detecção de formol destilado e formol rápido	36
6.2. Detecção de peróxido de hidrogênio	38
7. Neutralizantes de acidez	39
7.1. Detecção de bicarbonato.....	39
7.2. Detecção de hidróxido de sódio	40
8. Programas de análises oficiais	41
REFERÊNCIAS.....	43

1. Contextualização e legislação vigente

A composição do leite pode variar devido a fraudes antes e/ou durante o seu processamento. De acordo com a Instrução Normativa nº 76, o leite cru refrigerado não deve apresentar substâncias estranhas à sua composição, tais como agentes inibidores do crescimento microbiano, neutralizantes da acidez e reconstituintes da densidade ou do índice crioscópico (BRASIL, 2018). Os principais prejuízos das fraudes são a redução do rendimento, a diminuição do valor nutricional, a alteração da qualidade dos produtos beneficiados e o risco aos consumidores em virtude da presença de determinadas substâncias potencialmente perigosas (MARQUES, 2020).

Além das fraudes por adição de água e reconstituintes de densidade ou crioscopia, a presença de resíduos de antibióticos no leite também é considerado impróprio para industrialização, pois afeta o processamento dos derivados lácteos como queijo e demais produtos fermentados e representam ameaça à saúde pública pelo risco de reações alérgicas e tóxicas (SILVA, et al, 2012). Para Sachi (2019), a introdução de resíduos antimicrobianos na cadeia alimentar humana pelo consumo de produtos contaminados, pode levar a seleção de genes resistentes e ao desenvolvimento da resistência antimicrobiana no consumidor.

Estudos sugerem que a diminuição do uso de antimicrobianos na produção animal está associada à redução de bactérias resistentes na população (POUPAUD et al., 2021). Quintanilha (2021) pontua que a presença de antimicrobianos também pode levar a perdas na produção de derivados lácteos, por inibir o processo de fermentação. Este feito tem como consequência diminuição do pH, além de aumentar os riscos de crescimento de coliformes e bactérias patogênicas, alterando a qualidade do produto (MARTIN, 2011). Dessa forma, os laticínios necessitam de atenção em todas as suas etapas da cadeia produtiva que vai desde a matéria-prima até a distribuição do produto ao consumidor final.

Para combater as fraudes no leite e para garantir a segurança alimentar a legislação estabelece a obrigatoriedade da análise do leite cru pelos laticínios

de todos os produtores rurais que fornecem leite. O arcabouço legal do Programa Nacional de Qualidade do Leite (PNQL) é constituído pelo Decreto 9.013, de 29 de março de 2017 - Regulamento de Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal – RIISPOA, que estabelece que a inspeção de leite e derivados abranja desde a sanidade do rebanho, obtenção da matéria-prima, sua análise e seleção até a expedição do produto e pelas Instruções Normativas nº 76 e nº 77, de 26 de novembro de 2018. Já a Rede Brasileira de Laboratórios de Controle da Qualidade do Leite (RBQL) é o conjunto de laboratórios distribuídos em áreas geográficas de abrangência estratégica, com a finalidade precípua de monitorar e, dessa forma, contribuir para o aperfeiçoamento da qualidade do leite, em consonância com os objetivos do Programa Nacional de Melhoria da Qualidade do Leite (PNQL). Nos estabelecimentos que recebem leite diretamente de produtores rurais devem ser observados os relatórios de análises laboratoriais emitidos pela RBQL.

Os testes de controle de qualidade desempenham um papel fundamental na indústria de laticínios, garantindo a segurança e a qualidade do leite que chega às mesas dos consumidores. Esses testes são realizados ao longo de todo o processo de produção do leite, desde a fazenda até a indústria, visando identificar e eliminar possíveis contaminantes e garantir que o produto atenda aos padrões de qualidade estabelecidos.

Os testes e metodologias utilizadas pelos laboratórios para controle de qualidade do leite e combate a fraudes serão discutidos no desenvolver desse capítulo, de forma didática e com imagens para o melhor entendimento do tema abordado.

Vale ressaltar que todas as análises feitas pelos laboratórios de controle de qualidade do leite devem ser realizadas conforme descrito no Programa de autocontrole de cada indústria, seguindo as normas e limites impostos na legislação. Também pode variar a metodologia empregada nos testes e os equipamentos utilizados.

2. Controle da matéria-prima (Leite Cru)

De acordo com a Instrução normativa 55/2020, os critérios de temperatura para conservação e expedição do leite no posto de refrigeração deve ser de 5,0 °C. A Instrução Normativa N° 77 de 2018, estabelece que os carros-tanque isotérmicos responsáveis pela coleta devem possuir as partes metálicas compostas de aço inoxidável austenítico para oferecer segurança em contato com alimentos e produtos utilizados na limpeza (Figura1). Os caminhões são previamente lavados externamente na rampa de lavagem, com escovão e posteriormente dirige-se a plataforma de recebimento. A temperatura do leite cru refrigerado no ato de sua recepção pelo estabelecimento não deve ser superior 7°C, admitindo-se, excepcionalmente, o recebimento até 9°C.

Cada compartimento do caminhão poder conter leite de um número variável de produtores, dependendo dos trajetos (rotas) percorridas por ele. Sendo assim, cada rota deve ser controlada pelo seu respectivo número e as amostras individuais de cada produtor devem coletadas pelos transportadores e registradas por QR code e número de matrícula (Figura 2). Na chegada a plataforma de recepção, as amostras são entregues ao laboratório de controle de qualidade do laticínio para rastreabilidade caso necessário, devendo ficar refrigeradas durante as análises da rota em questão (Figura 3).



Figura 1. Carro-tanque isotérmico.



Figura 2. Coleta de amostras do tanque de expansão na propriedade de origem.



Figura 3. Amostras de leite para controle de rastreabilidade por produtor.

Na chegada a plataforma de recepção do laticínio, são coletados aproximadamente 300mL de cada tanque devidamente homogeneizado conforme numeração do copo de coleta (Figura 4). Após ser coletado, o leite cru é levado ao setor de recepção com a temperatura anotada em ficha própria, contendo também data, hora, rota e placa do veículo, para que então sejam feitas as demais análises físico-químicas de acordo com a Instrução Normativa nº 77 de 2018.



Figura 4. Copos de coleta de leite para testes de controle de qualidade de cada tanque.

Em análises de bancada podem ser realizados os testes: Álcool/Alizarol, índice crioscópico, densidade relativa, pH, e detecção de antimicrobianos no leite, e no equipamento automatizado (Figura 5) podem ser feitas a leitura de acidez, gordura, proteína, extrato seco total (EST), extrato seco desengordurado (ESD), lactose, caseína e ureia.



Figura 5. Equipamento MilkoScan FT2 para teste de avaliação físico-química e ureia no leite.

3. Avaliação dos Parâmetros físico-químicos do leite cru refrigerado

O leite de boa qualidade deve apresentar coloração branca opalescente e ser homogêneo, ou seja, não conter grumos ou material sólido disperso. Não deve apresentar sabores e odores estranhos (BRASIL, 1996). Segundo Castanheira (2012), é necessário analisar os padrões físico-químicos do leite para garantir que seja seguro ao processamento e consumo, devendo cumprir os parâmetros estabelecidos pela legislação (Tabela 1). Esses testes visam identificar possíveis desvios em sua composição, intencionais ou não, para manter a qualidade da matéria prima e a segurança do alimento.

Testes manuais ou automatizados como o exemplificado na Figura 5, podem ser utilizados para mensuração de gordura, proteína, lactose, caseína, extrato seco desengordurado (ESD), extrato seco total (EST), ureia e acidez do leite. As análises feitas são de extrema importância para definir a qualidade do leite e apontar possíveis inconformidades.

Tabela 1. Parâmetros físico-químicos do leite cru refrigerado de acordo com Instrução normativa 77 de 26 de novembro de 2018.

Características (leite cru)	Parâmetros impostos na legislação (/100g)
Gordura	Mín. 3,0g
ESD	Mín. 8,4g
EST	Mín. 11,4g
Proteína	Mín. 2,9g
Lactose	Mín. 4,3g
Acidez titulável	Entre 0,14 e 0,18g

Fonte: Brasil (2018).

3.1. Medição de pH (potencial hidrogeniônico)

O pH é considerado um indicador de qualidade do leite cru. O leite cru de boa qualidade possui pH entre 6,6 e 6,8, portanto é levemente ácido. Este pH é conferido pelos constituintes naturalmente presentes no leite como a caseína, fosfatos, albumina, citrato e gás carbônico dissolvido (CO₂), que tem efeito tamponante. A diminuição do pH do leite pode ocorrer por causa da produção de ácido láctico a partir da degradação da lactose pela ação de microrganismos presentes no leite (TRONCO, 1997).

Não existem valores-limite estabelecidos pelas instruções normativas n° 76 e 77 de 2018 para leite cru refrigerados, no entanto é percebido que valores de pH de 6.7 a 7.0 podem resultar em redução da estabilidade do leite e em caso de mastite nas vacas pode se demonstrar alcalino.

Na figura 6, é exemplificado um tipo equipamento e metodologia para verificar o pH do leite recebido dos tanques, onde previamente as amostras foram homogeneizadas individualmente com uma espátula limpa, feita a limpeza dos eletrodos com água destilada e secagem com papel macio, e então se mediu o pH pelo (aparelho potenciômetro) e foi anotado na ficha.



Figura 6. Determinação do valor de pH de amostras de leite cru dos tanques de veículo transportador.

3.2. Teste do Alizarol

Esse teste avalia a estabilidade do leite pela desestabilização das micelas de caseína, proteína presente no leite sendo observada pela ocorrência de coagulação e mudança de coloração, por acidez aumentada ou desequilíbrio salino (Figura 7), ou seja, o objetivo do teste é para verificar a capacidade térmica do leite: “esse leite aguenta passar pelo processamento térmico de pasteurização sem talhar?”. O teste é feito com uma solução saturada de alizarina preparada em álcool 72% volume/volume (v/v) e que pode ser obtida em lojas especializadas. Para realização do teste, são misturados volumes iguais da solução de alizarol e da amostra de leite.

O teste é realizado na placa petri/ tubo de ensaio, porém a placa possibilita melhor visualização dos grumos (caso haja). Adicionam-se 2 mL de leite na placa e em seguida fazer uma agitação leve e circular. Após, adicionar 2 mL de solução alcoólica ou alizarol. Em seguida realizar a homogeneização e observar o resultado imediatamente (Figura 7). A leitura do teste se dá pela observação se houve ou não coagulação ou formação de grumos.

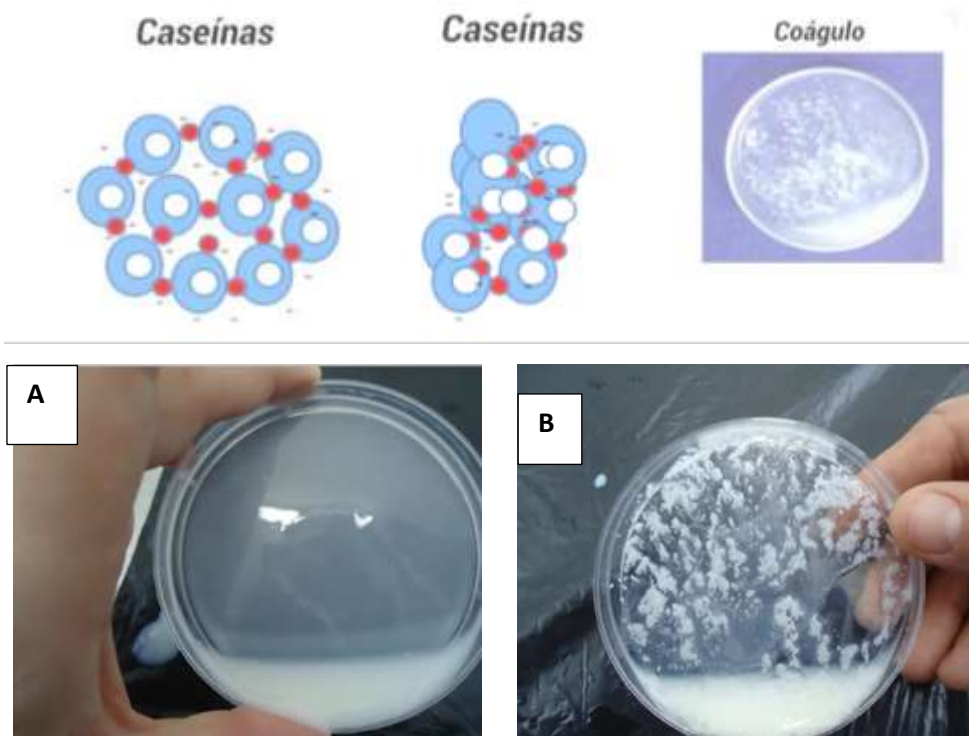


Figura 7. Prova do Alizarol (desafio das micelas de caseína) A: Leite estável e B: leite instável.

De acordo com a legislação, a acidez deve estar entre 0,14 e 0,18 gramas de ácido láctico/100mL, sendo que valores fora dos limites podem apontar alta contagem de bactérias pela conversão do açúcar em ácido láctico, ou temperatura inadequada de armazenamento (PANCIERE, 2021).

A acidez também é avaliada de forma qualitativa através da alizarina, por desenvolver cores diferentes dependendo do pH, sendo amarelo e marrom um leite com acidez elevada, e roxo ou violeta pH alcalino (Figura 8). O álcool presente no composto desidrata o leite, simulando os efeitos do aquecimento durante tratamento térmico, portando um leite considerado instável pelo teste de alizarol não deve ser submetido à pasteurização (DA SILVA, 2012). Quanto maior a graduação do alizarol, maior a estabilidade da proteína do leite submetido a processo térmico (SUÑÉ, 2010).



Figura 8. Demonstração de leite ácido (pH 5,5 e 5,6) com formação de coágulos, na coloração amarela, leite com pH normal (6,6 e 7,0) e estável ao

alizarol, na coloração vermelho tijolo e leite alcalino (pH 7,5) e coloração lilás (esquerda para direita).

O teste de alizarol deve ser realizado pelo caminhoneiro no momento da coleta do leite em cada propriedade rural ou pelo responsável pelo recebimento de cada vasilhame antes de introduzir o leite no tanque de refrigeração, no caso de tanques comunitários.

De acordo com a IN n° 76 de 2018 a estabilidade do leite no teste do alizarol deve ocorrer na concentração mínima de 72% v/v. O resultado esperado deve ser de coloração vermelha tijolo sem grumos ou com poucos grumos muito finos (Figura 9), sendo que coloração lilás ou violeta (leite alcalino) pode ser sugestivo de mastite ou adição de neutralizantes.

No teste exemplificado abaixo, foi realizado com 2 mL de leite e 2 mL de alizarol 76°GL adicionados a um tubo de ensaio individual para cada tanque, então era agitado e observava-se contra a luz a coloração da amostra e presença de coágulos (figura 9). Caso não se apresentasse dentro dos padrões, era feita a mesma análise com alizarol 75° GL e 72°GL, buscando avaliar em que valor o leite apresentava maior estabilidade.

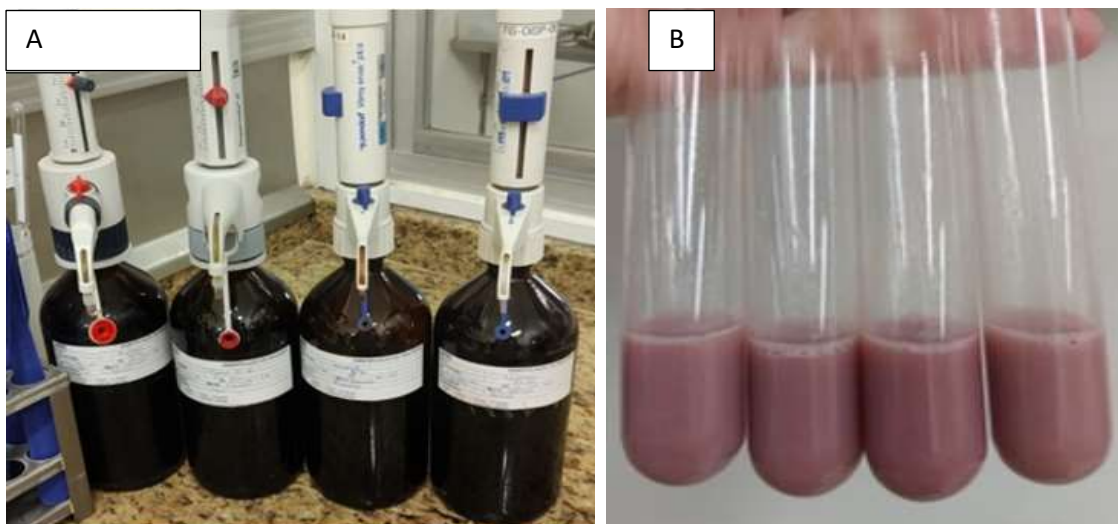


Figura 9. A – dispensadores automaticos de alizarol 72, 75, 76 e 78% respectivamente. B - leite cru graduado em alizarol 72, 75, 76 e 78% respectivamente, demonstrando cor vermelho tijolo, indicando estabilidade.

Importante ressaltar que a má higiene dos equipamentos e instalações utilizados na ordenha ou a refrigeração inadequada durante o armazenamento ou transporte podem levar ao crescimento de bactérias e conversão da lactose em ácido láctico, resultando assim em um teste positivo de álcool/alizarol (SUÑÉ, 2010).

O teste de fervura também busca avaliar a estabilidade e acidez do leite exposto ao calor, pela precipitação da caseína quando desidratada pelo calor, sendo feito com 2mL de leite em um tubo de ensaio mantido no fogo de uma lamparina (Figura 10) sob agitação para evitar pressão interna, por tempo suficiente para que ferva, não devendo formar grumos ou talhar, ou seja, impróprio para comercialização e consumo.

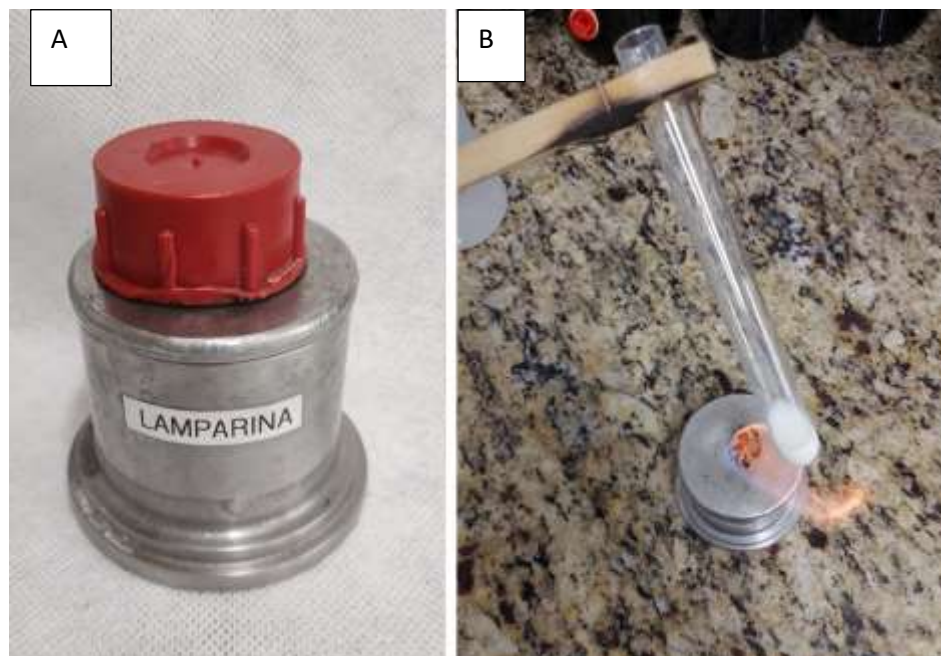


Figura 10. A – Lamparina; B – Teste de fervura.

O leite de baixa resistência ao calor refere-se ao leite que coagula ou precipita quando passa no teste de álcool ou fervura. De acordo com a legislação, se o leite for ácido no teste do alizarol, o produto deve ser rejeitado, ou seja, não será captado para processamento pela indústria.

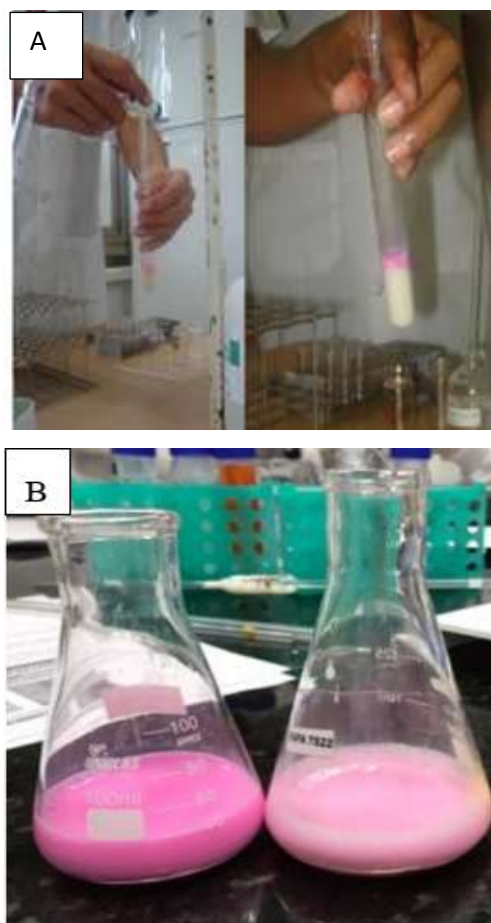
3.3. Acidez titulável

Como já mencionado, o método mais usado para avaliar a acidez do leite é o teste do alizarol, que é um teste qualitativo. Já a acidez titulável, fornece um resultado quantitativo sobre a acidez da amostra de leite analisada (BRASIL, 2006). O teste do alizarol é feito na propriedade rural, conforme discutido anteriormente. Ao chegar à indústria, a determinação da acidez é feita pelo método quantitativo Dornic.

A acidez titulável, também conhecida como acidez Dornic, é uma medida importante na análise de qualidade do leite. Ela representa a quantidade de ácidos presentes no leite e é expressa em graus Dornic ($^{\circ}\text{D}$).

A acidez titulável do leite é determinada por uma titulação ácido-base, utilizando uma solução padrão de hidróxido de sódio 0,111 N como titulante. Na prática, o que se mede é o volume de hidróxido de sódio necessário para neutralizar o ácido láctico presente no leite. O resultado da titulação é expresso em gramas de ácido láctico/100 mL de amostra ou % ácido láctico (BRASIL, 2006). Em alguns países, principalmente França e Holanda, a acidez é expressa em graus Dornic ($^{\circ}\text{D}$), sendo que 1 $^{\circ}\text{D}$ equivale a 0,01% de ácido láctico. Embora ainda haja essa metodologia no Brasil e possa ser usada (segundo o RTIQ) pela triagem laboratorial dos laticínios, os Laboratórios Oficiais (Lanagros) de acordo com o Ofício- Circular 56/2020 a titulação deve ser realizada por quantificação de ácido láctico (Figura 11), à titulação expressa em gramas de ácido láctico/100 mL de amostra ou % ácido láctico.





Solução Dornic: Hidróxido de sódio 0,111 mol/L - Mudança de cor branca > rósea = final da análise (indica que todos os compostos de caráter ácido presentes no leite foram neutralizados). Cada 0,1 mL da solução Dornic = 1° D ou 0,01g de ácido láctico

A LEITURA DEVE SER IMEDIATA!

Resultado e Interpretação:

- Branco: acidez maior que 18° D
- Discretamente róseo: acidez de 18° D
- Róseo: acidez menor que 18° D

Figura 11. A: Quantificação de ácido láctico por meio da solução Dornic; B: Interpretação de resultado.

A acidez elevada pode ser resultado da multiplicação de bactérias produtoras de ácido no leite o que pode afetar negativamente seu sabor, aroma e valor nutricional. A acidez do leite pode ser influenciada por vários fatores como, por exemplo falhas na refrigeração/armazenamento do leite na propriedade de origem ou durante o transporte, adição de água de má qualidade de maneira fraudulenta, alimentação do animal, fator racial, estágio da lactação, temperatura ambiental, condições de estresse do animal, estação do ano, mastite e a saúde geral da vaca, frequência e técnica de ordenha, entre outros.

É importante ressaltar que a análise da acidez titulável deve ser feita em conjunto com outras análises físico-químicas e microbiológicas para uma avaliação completa da qualidade do leite.

Para os resultados de acidez titulável entre 0,10 e 0,14 g ácido láctico/100 mL de leite fluido (cru, pasteurizado e UHT) quando aplicada a metodologia

AOAC (Instrução Normativa MAPA nº 30, de 26 de junho de 2018, manual de métodos oficiais), está justificada a não destinação do leite conforme previsto na Portaria MAPA nº392, de 9 de setembro de 2021, e os produtos devem ser autuados e retidos apenas quando existirem outras evidências de fraude além da análise de acidez. Para os resultados laboratoriais abaixo de 0,14 g de ácido láctico/100 mL e acima de 0,18 g de ácido láctico/100mL em análises do autocontrole ou do serviço oficial realizadas in loco, que tenham utilizado o método Dornic devem ser seguidas as determinações dispostas na Portaria MAPA nº 392 de 2021.

3.4. Avaliação da densidade

A densidade é a relação entre a massa e o volume de uma substância. Esta relação está diretamente relacionada à composição química que, no leite, é de cerca de 12% a 13% de matéria sólida (sólidos totais) e 87% a 88% de água. De acordo com a legislação, o leite fresco e de boa qualidade deve apresentar densidade relativa entre 1,028 g/mL e 1,034 g/mL, na temperatura de 15 °C (BRASIL, 2011).

O teste da densidade demonstrado abaixo, foi medida por termolactodensímetro (Figura 12), colocado em uma proveta com 250mL de leite (com temperatura máxima de 15°C), devendo esperar um minuto para ocorrer estabilização da temperatura. A leitura deve ser realizada no nível de flutuação do equipamento.

A avaliação da densidade permite uma estimativa rápida e prática do teor de gordura, sendo especialmente relevante para produtores e indústrias que precisam monitorar e ajustar a proporção de gordura em seus produtos.

A densidade também pode indicar a presença de fraudes ou adulterações, por exemplo, a adição de água ao leite para aumentar seu volume resulta em uma redução na densidade (abaixo de 1,028 g/mL), uma vez que a água possui uma densidade menor em comparação com os componentes sólidos do leite. Já uma densidade acima de 1,034g/mL pode indicar fraudes por reconstituintes (Figura 13). Uma densidade de 1.036g/mL pode ser indício de desnate do leite no local de origem. No entanto, a densidade, por si só, não é um teste conclusivo para identificar a fraude por desnate. Outros testes, como a determinação direta do teor de gordura, são necessários para confirmar a presença de adulteração

O teste da densidade é realizado por meio de uma vidraria chamada termolactodensímetro, que possui escala para a medida da densidade e um termômetro para medir a temperatura do leite. A leitura da densidade é feita no nível do leite em relação à escala graduada do termolactodensímetro. Ao mesmo tempo, é feita a leitura da temperatura para que seja feita a correção para a densidade a 15 °C, usando uma tabela preconizada na Instrução Normativa N° 68 (BRASIL, 2006). A densidade é um parâmetro físico-químico influenciado pela temperatura. À medida que a temperatura aumenta, a densidade do leite diminui. Para avaliar a densidade, a temperatura em que o leite se encontra deve ser observada e, de acordo com a IN 62, o resultado é corrigido e expresso na temperatura de 15 °C. Por isso, este parâmetro é chamado de densidade relativa (TRONCO, 1997).

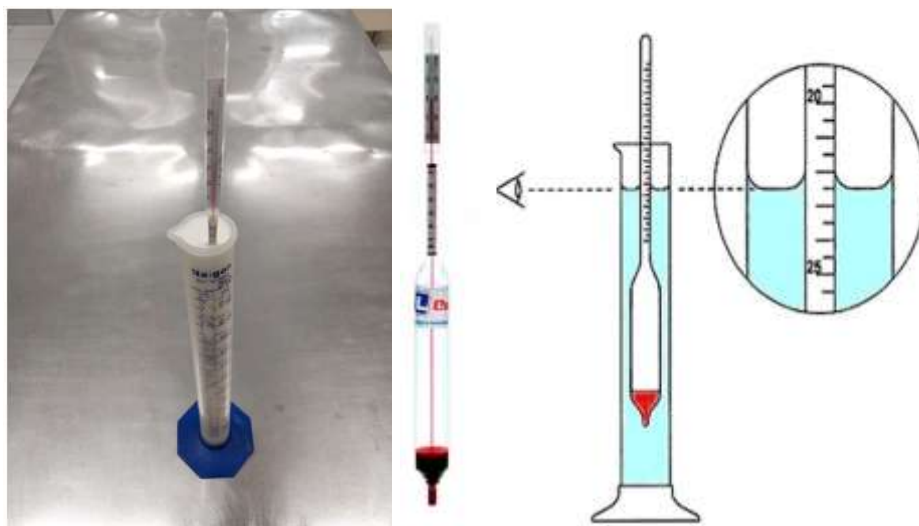


Figura 12. Termolactodensímetro e desenho ilustrativo da forma de leitura no nível de flutuação.



Figura 13. Representação da densidade do leite em suspeitas de fraudes por água ou reconstituintes no leite.

É importante ressaltar que a densidade do leite pode variar ao longo do ano devido a fatores sazonais, como alimentação, condições climáticas e estágio de lactação das vacas. Portanto, a avaliação regular da densidade permite monitorar as flutuações na qualidade do leite, garantindo que ele atenda aos padrões de qualidade estabelecidos. Além disso, ajuda os produtores a identificarem possíveis problemas nutricionais ou de manejo que possam afetar a composição do leite.

Portanto, a análise da densidade do leite é uma das ferramentas utilizadas para verificar a possível ocorrência de fraudes, fornecendo indícios para investigações mais detalhadas e garantindo a integridade e a qualidade do produto.

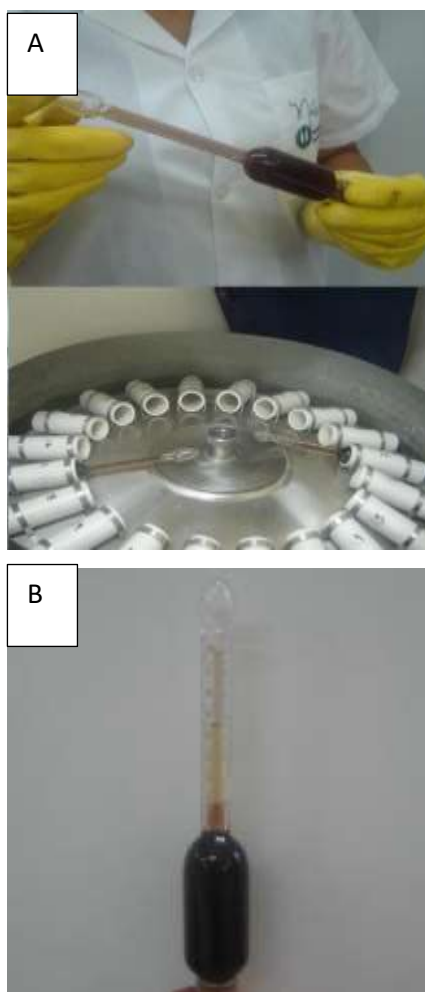
3.5. Gordura

A gordura é um dos principais componentes do leite, e sua determinação é fundamental para a avaliação da qualidade e do valor nutricional do produto. Além disso, a quantidade de gordura no leite é um fator importante na produção de diversos produtos lácteos, como queijos, manteiga e creme. O teor médio de gordura no leite cru é em torno de 3,9%, podendo chegar até 5-6% devido à alimentação da vaca, estágio de lactação, condições fisiológicas e raça. Para o leite pasteurizado a gordura deve ser padronizada, motivo pelo qual o processo de desnate do leite é obrigatório. No Brasil, de acordo com Portaria 146/1996 (RTIQ) do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA), o leite cru refrigerado deve apresentar teor mínimo de gordura de 3,0g/100g.

A gordura do leite pode ser determinada por diferentes métodos: butirométrico ou Gerber, Rose-Gottlieb (métodos clássicos) e métodos instrumentais. O método butirométrico (mais usado nos laticínios) consiste no ataque seletivo da matéria orgânica pelo ácido sulfúrico, com exceção da gordura que será separada por centrifugação, auxiliada pelo álcool amílico (tóxico e deve ser manipulado em capela com exaustão), que modifica a tensão superficial. É usada uma vidraria chamada butirômetro de Gerber (Figura 14), onde é feita a adição de um volume conhecido de amostra e dos reagentes e ao final do procedimento a leitura do teor de gordura é feita na escala do butirômetro (BRASIL, 2006).

Importante salientar que alguns pontos críticos devem ser cuidadosamente observados durante a análise do percentual de gordura no leite, entre eles podemos citar:

1. Uso dos reagentes - deve ser manipulado em capela (álcool isoamílico é tóxico).
2. Ordem de adição: nunca água sobre o ácido, sempre ácido primeiro!
3. Secar o butirômetro antes de colocar a rolha e acondicionar na centrífuga.
4. Uso de EPI – Utilizar óculos e luvas.



Leite + ácido sulfúrico > libera calor (aquece) > diminui pH > precipitação das proteínas > começa separação da gordura > álcool isoamílico (favorece a separação) > centrifuga + banho maria 65°C = gordura estabiliza.

Realizar a leitura no butirômetro.

Os resultados obtidos no teste da gordura são expressos em porcentagem ou g/100g.

Figura 14. Teste da gordura, realizado com o uso do butirômetro.

É importante destacar que a influência desses fatores no teor de gordura no leite. Alguns desses fatores são intrínsecos à vaca e sua alimentação,

enquanto outros estão relacionados ao manejo e ao processamento do leite. Alguns dos principais fatores que podem influenciar o teor de gordura no leite estão descritos a seguir:

- **Raça da vaca:** a raça da vaca pode ter uma influência significativa no teor de gordura do leite. Algumas raças, como a Jersey e a Guernsey, tendem a produzir leite com maior teor de gordura em comparação com outras raças, como a Holandesa.
- **Estágio de lactação:** o estágio de lactação da vaca também pode influenciar o teor de gordura no leite. No início da lactação, o teor de gordura tende a ser menor, mas aumenta gradualmente à medida que a lactação avança. O pico de gordura geralmente ocorre cerca de dois a três meses após o parto.
- **Alimentação da vaca:** a alimentação desempenha um papel fundamental na composição do leite, incluindo o teor de gordura. A quantidade e a qualidade dos alimentos fornecidos à vaca podem influenciar diretamente o teor de gordura no leite. Dietas ricas em fibras, como pastagens de boa qualidade, geralmente resultam em maiores teores de gordura no leite.
- **Manejo nutricional:** além da alimentação em si, outros aspectos do manejo nutricional podem afetar a gordura no leite. Fatores como o balanço de nutrientes, o fornecimento adequado de energia e proteína, a suplementação com lipídios e a gestão do período de transição entre dietas podem ter impacto no teor de gordura.
- **Saúde da glândula mamária:** problemas de saúde na glândula mamária, como mastite, podem levar a alterações no teor de gordura do leite. A presença de inflamação ou infecção na glândula mamária pode reduzir a síntese de gordura, resultando em leite com menor teor de gordura.
- **Estresse térmico:** ambientes quentes e estresse térmico podem afetar negativamente a produção e a composição do leite, incluindo a gordura. Vacas expostas a altas temperaturas podem reduzir sua ingestão de alimentos, o que pode levar a uma diminuição no teor de gordura no leite.
- **Processamento do leite:** o processamento do leite, como a homogeneização, pode influenciar a distribuição e a estabilidade da gordura. A homogeneização mecânica ajuda a dispersar as gotículas de gordura no leite, evitando a sua separação e formação de natas.

3.6. EST e ESD

O extrato seco total (EST) ou sólidos totais é o somatório da concentração de todos os componentes do leite exceto a água. O extrato seco desengordurado (ESD) é a diferença entre o EST e o teor de gordura e, a partir deles é possível prever o rendimento na fabricação de derivados lácteos como queijos e outros. Em média, o EST no leite encontra-se entre 12% e 13% enquanto o ESD deve ser de, no mínimo 8,4% (BRASIL, 2011).

O método gravimétrico, ou retirada de água do leite, onde o EST é determinado pelo cálculo da diferença entre a massa de uma amostra de leite e a massa da amostra dessecada, convertido para porcentagem. Entretanto, este método é demorado. O método mais usado na indústria é o cálculo que leva em consideração os resultados de densidade (D) e de teor de gordura (G), determinados previamente. Para isso, o EST é calculado pela fórmula de Fleishmann.

$$EST = 1,2 \times G + 2,665 \times \frac{(100D - 100)}{D}$$

3.7. Índice crioscópico

O índice crioscópico deve ser realizado de todos os tanques individualmente. A crioscopia consiste em definir a temperatura de congelamento do leite, sendo esse determinado principalmente pela lactose, um de seus principais elementos solúveis (PANCIERE, 2021). A diminuição do ponto de congelamento da amostra pode apontar adição fraudulenta de água, dado que ela apresenta ponto de congelamento a 0°C, sendo essa uma das principais fraudes cometidas pelos produtores visando o aumento de ganhos por volume de leite (ARAGÃO, 2021).

A determinação do índice crioscópico pode ser feita com equipamento eletrônico digital, chamado crioscópio, que faz o rápido resfriamento de uma amostra.

No teste abaixo, foram pipetados 2,5 mL de leite no tubo de crioscopia e inserido no equipamento para leitura (Figura 15), que ao sinal sonoro está pronto para consultar o resultado.



Figura 15. A -crioscópio. B – tubo de crioscopia para leiteira pelo equipamento.

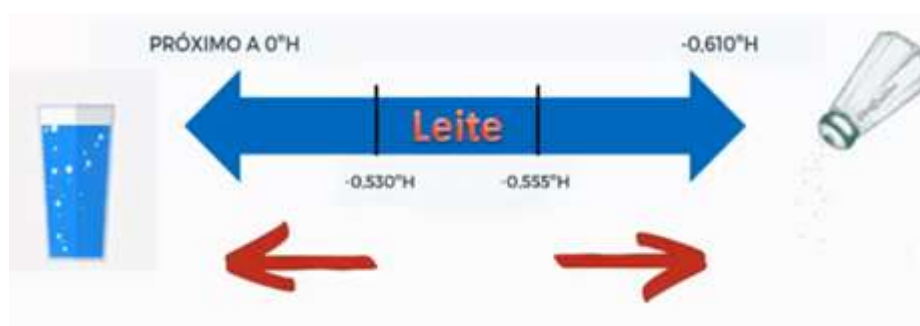


Figura 16. Representação da crioscopia do leite em suspeitas de fraudes por água ou reconstituíntes no leite.

A análise é usada para identificar a adulteração pela adição de água. A temperatura de congelamento do leite (índice crioscópico) é relativa à concentração dos componentes que formam o extrato seco. Por isso, o índice crioscópico do leite é inferior ao da água pura, que é $0\text{ }^{\circ}\text{C}$. De acordo com o Art. 5° da Instrução Normativa 76 de 26 de novembro de 2018, o índice crioscópico pode ser expresso em $^{\circ}\text{H}$ ou em $^{\circ}\text{C}$, sendo que o intervalo $-0,512\text{ }^{\circ}\text{C}$ e $-0,531\text{ }^{\circ}\text{C}$ corresponde a $-0,530\text{ }^{\circ}\text{H}$ e $-0,550\text{ }^{\circ}\text{H}$ (BRASIL, 2006). A adição de água faz com que o índice crioscópico se aproxime da temperatura de congelamento da água pura (BRASIL, 2006)

O índice crioscópico é baseado na concentração de sólidos dissolvidos no leite, sendo a lactose um dos principais componentes. Por isso, além das fraudes por adição de água ou reconstituíntes (Figura 16), um leite ácido também pode alterar a crioscopia. Isso ocorre, pois devido à fermentação da lactose e a

produção de ácido láctico, a concentração de lactose diminui, o que pode resultar em uma redução no índice crioscópico.

Portanto, quando está ácido, é esperado que ocorra uma alteração no índice crioscópico, indicando uma redução na concentração de sólidos dissolvidos no leite. É importante ressaltar que a avaliação do índice crioscópico por si só não é suficiente para determinar se o leite está azedo (ácido). Outros testes, como o teste do alizarol e análises microbiológicas são necessários para confirmar a presença de bactérias causadoras da deterioração do leite.

O índice crioscópico também é usado para estimar o teor de sólidos não gordurosos (SNG) no leite, que inclui a lactose, proteínas e minerais, sendo assim, o índice crioscópico pode ser utilizado como uma ferramenta adicional para avaliar se a relação entre sólidos está em desequilíbrio especialmente quando há suspeitas de adulteração ou problemas de deterioração.

4. Resquícios de sangue e antimicrobianos

Entende-se por leite o produto oriundo da ordenha completa, ininterrupta, em condições de higiene, de vacas sadias, bem alimentadas e descansadas não devendo apresentar substâncias estranhas à sua composição, como agentes inibidores do crescimento microbiano (BRASIL,2018). Portanto o leite com presença de sangue ou resíduos de antimicrobianos não é considerado alimento seguro para comercialização, dado que é proveniente de vacas enfermas.

A presença de resíduos de antibióticos no leite acarreta grandes prejuízos para a indústria, podendo inibir ou interferir no crescimento dos fermentos usados na produção de queijos e iogurtes, além de riscos para a saúde pública.

Segundo Souza et al. (2017), a principal causa de resíduos de antimicrobianos no leite é seu uso indiscriminado no tratamento de mastites e o não cumprimento do período de carência determinado para cada grupo de antimicrobianos. Durante o período de carência essas substâncias são eliminadas pelo leite, levando a condenação da produção caso chegue à indústria. Sendo assim, a detecção dessas alterações no leite é importante para a segurança alimentar do consumidor e a sanidade do rebanho (FERREIRA et al, 2014).

De acordo com o previsto no Plano Nacional de Controle de Resíduos do MAPA (PNCR-MAPA) deve ser realizada análise mensal do leite para detecção dos antibióticos e o resultado deve ser negativo ou inferior ao limite estabelecido no PNCR. Durante a rotina dos laticínios, devem ser feitos diariamente testes de triagem de forma automatizada ou por meio de uso de aparelhos detectores específicos.

Para ambos os testes apresentados a seguir, foi utilizada uma composta com 10 mL de cada tanque de leite, pipetados dos copos para um becker, de onde eram retirados 10 mL e inseridos em um tubo de ensaio numerado com tampa para ser feita análise da presença de sangue na centrífuga, sendo centrifugado por 5 minutos a 1500 rpm. O resultado positivo é demonstrado pela presença de coágulo de coloração vermelha/avermelhada no fundo do tubo devido à densidade do sangue ser maior que a do leite (Figura 17).

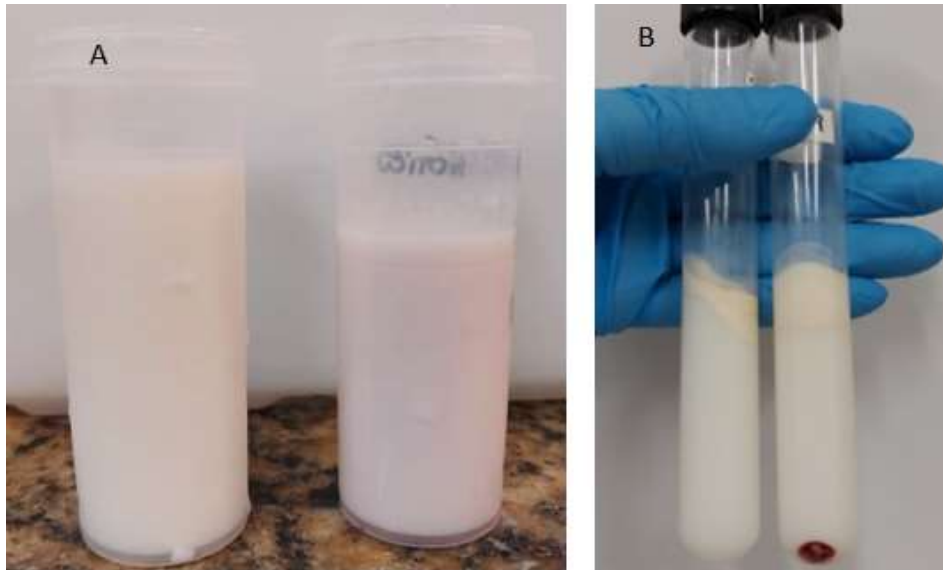


Figura 17. A - Da esquerda para direita, leite apresentando coloração normal e leite apresentando presença de sangue por coloração rosada, confirmado após centrifugação; B - Tubo de ensaio sem presença de sangue (esquerda), e tubo de ensaio demonstrando coágulo avermelhado no fundo, indicando presença de sangue (direita).

O teste utilizado diariamente para detectar resquícios de antimicrobianos no leite cru neste exemplo, foi o Charm MRL BL/TET2 test (Figura 18), que consiste no método de reação enzimática (ELISA) e detecta antimicrobianos dos grupos beta-lactâmicos e tetraciclina. Para essa análise foram pipetados 300 mL de leite e inseridos no local correto da fita, que era mantida na chapa aquecedora a 56°C (Figura 18) por 2 minutos cronometrados para proceder com a leitura visual do teste. De acordo com o fabricante é considerado positivo se as linhas TE ou BL se encontrarem mais claras que a linha controle (C), e negativo se a linha controle for mais clara que as linhas TE e BL (Figura 19). Após leitura visual, a fita foi inserida no aparelho Rosa Pearl Reader para confirmar o resultado positivo ou negativo, e qual dos antimicrobianos estava presente na amostra.

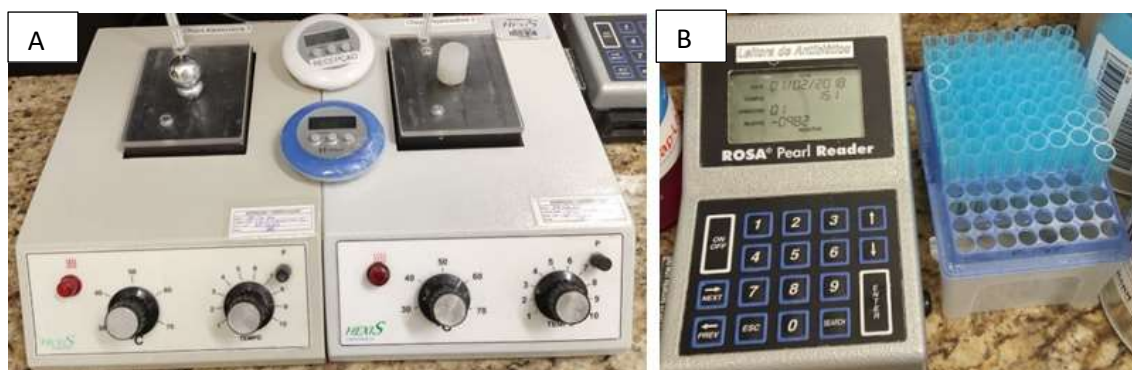


Figura 18. A - Chapas aquecedoras de antibiótico 1 e 2; B – Equipamento ROSA pearl reader de leitura das fitas e ponteiras utilizadas.

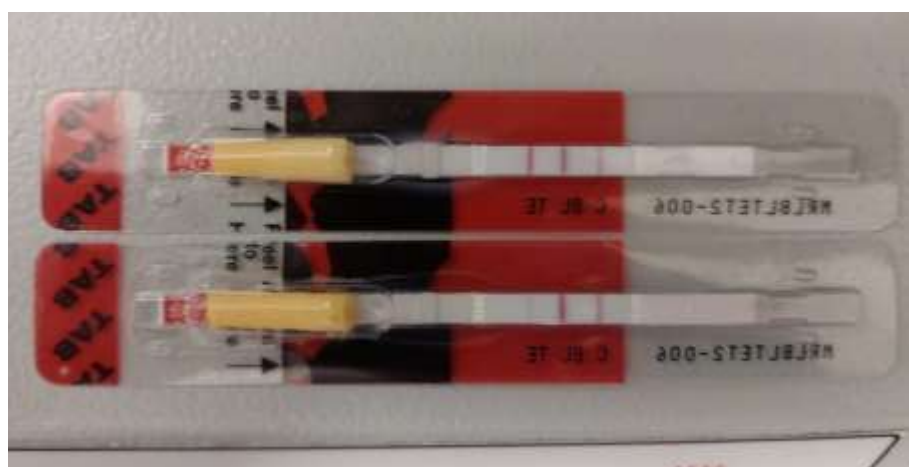


Figura 19. Fita CHARM BL/TET superior indicando resultado negativo com linha controle mais clara que as linhas BL e TET, fita inferior demonstrando resultado positivo para tetraciclina indicado pela linha TE mais clara.

Em caso de amostra positiva para antimicrobianos, deve ser feita a condenação do leite e rastreamento do produtor responsável utilizando as amostras individuais dos produtores presentes no tanque positivo. De acordo com a IN N° 77 de 2018, para cada recebimento de leite pelo menos dois grupos de antimicrobianos devem ser analisados, e o estabelecimento deve realizar análise para todos os grupos de antimicrobianos em frequência determinada pelo controle interno, para este controle algumas indústrias têm utilizado o teste CHARM QUAD, que detecta quinolonas, aminoglicosídeos, além dos beta-lactâmicos e tetraciclina.

5. Detecção de reconstituintes de densidade

A fraude por reconstituintes de densidade no leite refere-se a um tipo de fraude em que os produtores de leite adulteram a composição do produto para aumentar sua rentabilidade. Geralmente a fraude por água é mais comum, no entanto sua adição pode alterar a densidade e a crioscopia do leite. Podemos citar como principais reconstituintes, a adição do álcool, a sacarose, o amido e os cloretos, buscando recompor a aparência e algumas características físico-químicas do leite que foi fraudado.

Essa prática fraudulenta é prejudicial para os consumidores, uma vez que eles podem estar adquirindo um produto adulterado e de qualidade inferior pois a adição de reconstituintes de densidade ou crioscopia causam diluição dos componentes nutritivos do leite.

É importante ressaltar, nesse e em demais casos de reconstituintes de densidade, que a análise deve ser feita em conjunto com a determinação da crioscopia e acidez, para que haja segurança maior na avaliação dos resultados das provas de fraudes.

Para combater essa fraude e outras fraudes se faz necessário estabelecer programas de controle de qualidade para o leite nos laticínios. Isso inclui testes laboratoriais regulares para verificar a composição do produto de acordo com a legislação vigente.

5.1. Detecção de álcool

O álcool mais comumente utilizado para fraudar o leite é o álcool etílico, também conhecido como etanol. O etanol é uma substância volátil e solúvel em água, o que o torna relativamente fácil de ser dissolvido no leite. A adição de álcool etílico ao leite pode ser feita para aumentar o volume do produto, diluindo-o, ou para prolongar a vida útil, já que o álcool tem propriedades antimicrobianas.

No entanto, é importante ressaltar que a adição de qualquer tipo de álcool ao leite é considerada uma prática fraudulenta e ilegal na maioria dos países. O consumo de leite adulterado com álcool pode ser prejudicial à saúde, especialmente se consumido em grandes quantidades ou de forma contínua.

Para sua detecção neste exemplo, foram dispostos 100 mL de leite e 10 mL de solução antiespumante em um kitasato, tampado com rolha e posto para ferver por 5 minutos em capela, direcionando o vapor para o tubo de ensaio contendo 2mL de solução sulfocrômica (Figura 21). Ao fim do tempo de fervura o resultado foi interpretado conforme a cor no tubo de ensaio, sendo marrom negativo e verde positivo para álcool.

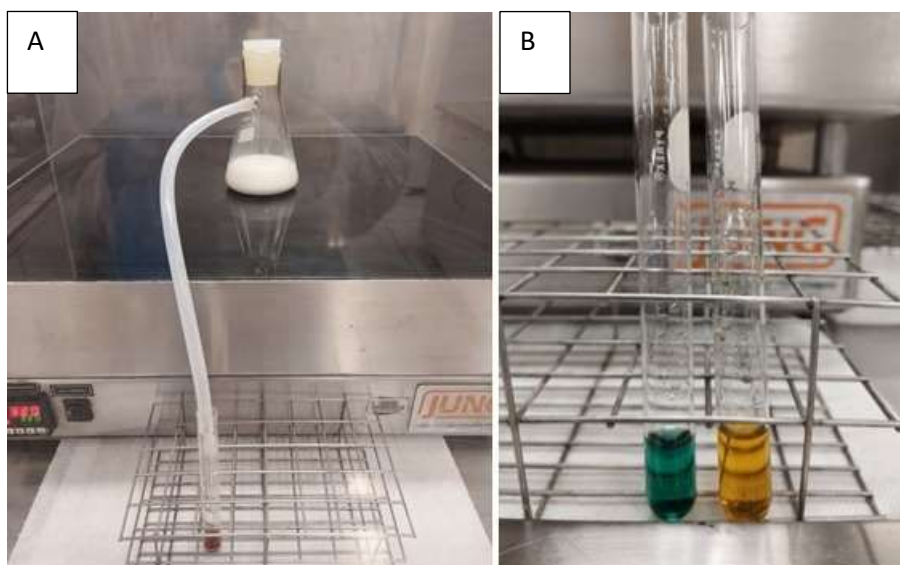


Figura 21. A - Kitasato contendo leite e solução antiespumante direcionando o vapor para o tubo de ensaio contendo solução sulfocrômica. B – Resultado da análise de álcool positivo e negativo respectivamente.

5.2. Detecção de sacarose

A detecção de **sacarose** foi feita com 2mL de leite em um tubo de ensaio, acrescentados 2mL de ácido sulfúrico 50% e 1mL de resorcina 10%, agitado e colocado em banho-maria a 65°C por 5 minutos e resfriado em água corrente para interpretar o resultado, negativo permanecendo branco e positivo sendo o tubo rosa claro (Figura 22).

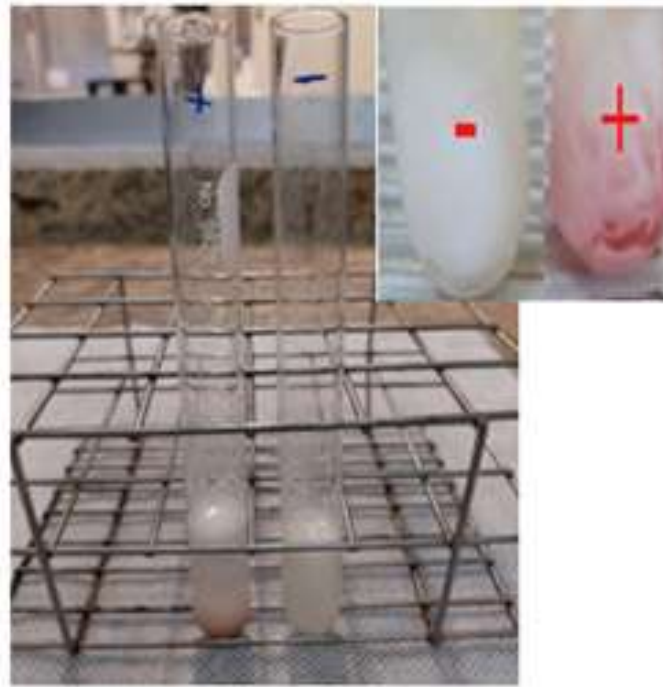


Figura 22. Resultado da análise de sacarose.

5.3. Detecção de amido

Para análise de **amido** foram aquecidos a 100°C em banho-maria, 10mL de leite durante 5 minutos e então esfriado em água corrente e adicionadas 2 gotas de lugol. Para o teste ser considerado negativo deverá formar um anel amarelo queimado, em caso positivo forma um anel azul.

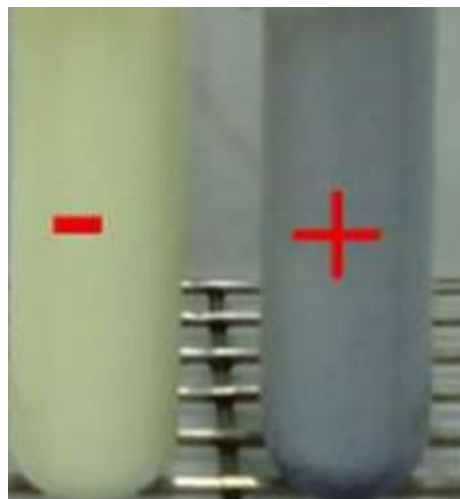


Figura 23. Resultado da análise de amido negativo e positivo.

5.4. Detecção de cloretos

Para análise de cloretos, o teste é qualitativo e o resultado é expresso como positivo ou negativo. O resultado é considerado positivo com aparecimento de coloração amarela característica e negativo com aparecimento do precipitado marrom (Figura 24). Devido à coloração natural do leite o precipitado marrom é visualizado como alaranjado. Como existem muitas nuances entre a coloração laranja e amarela, testes duvidosos são repetidos. Um resultado positivo não significa necessariamente fraude por adição de cloretos à amostra. Significa que a concentração de cloretos na amostra é superior à quantidade normalmente encontrada em animais sadios (0,08 a 0,1%).

Para detecção de cloretos neste exemplo, foi realizada a homogeneização de 10mL de leite, 0,5mL de cromato de potássio 5% e 4,5mL de nitrato de prata 0,1N. O resultado positivo se apresenta como amarelo “pintinho”, e negativo como marrom avermelhado (Figura 24). Quando o teor de cloretos é normal no leite, a quantidade de nitrato de prata adicionada é excessiva, reagindo com o indicador para a produção de coloração marrom. Por outro lado, quando o teor de cloretos é elevado, há menor quantidade de prata disponível para reagir com o indicador e, como consequência, menor quantidade de precipitado é formada com diminuição da intensidade da coloração. Isto é, quanto maior a concentração de cloretos na amostra, menor a intensidade de coloração.

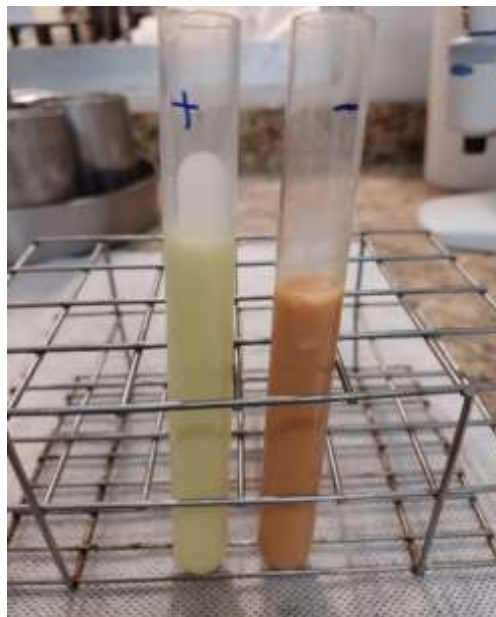


Figura 24. Resultado da análise de coretos positivo e negativo.

Alguns fatores podem influenciar no teor de cloretos presente no leite, tais como diferenças individuais, alimentação, estado de hidratação, raça, espécie, número de lactações, variações diurnas, estágio de lactação, sazonalidade, além de alterações patológicas. O teor pode aumentar com o avanço do período de lactação ou na fase precoce da lactação, ou mesmo, em condições de transtornos da secreção, especialmente nos casos de mamites. Quando um animal é acometido pela doença, a concentração de potássio no leite diminui, enquanto as concentrações dos íons sódio e cloreto elevam-se devido ao aumento da permeabilidade dos capilares sanguíneos e à destruição dos sistemas de bombeamento iônico, conduzindo ao aumento da concentração de cloretos no leite.

Ainda que, a adição de cloretos possa ser utilizada com a finalidade de “mascarar” uma adulteração no leite pela adição de água, permitindo a correção da densidade e a crioscopia do leite. Quando empregada paralelamente às outras provas de controle de qualidade, a pesquisa de cloretos constitui uma ferramenta importante para confirmar suspeitas de fraudes por adição de água e sal ao produto. O resultado esperado para o teste de pesquisa de cloretos em leite fluido é negativo, isto é, dentro da faixa de normalidade (tons de vermelho amarronzado). Se o teste for positivo (tons de amarelo), deve-se repetir o procedimento com nova alíquota da amostra e sempre aliar os resultados aos outros testes de qualidade feitos na mesma amostra principal do leite coletado.

6. Detecção de conservantes/ inibidores de crescimento

Representados pelo formaldeído, álcool, peróxido de hidrogênio e afins, os agentes inibidores de crescimento microbiano e conservantes são produtos químicos adicionados, também fraudulentamente, para retardar o crescimento de microrganismos ou a ação de enzimas a fim de aumentar o tempo de conservação do leite. Outros produtos, como: ácido bórico, ácido salicílico, hipocloritos e cloraminas, ácido benzoico e bissulfitos, têm sido usados na fraude.

A presença desses produtos é prejudicial tanto para a indústria quanto ao consumidor, pois prejudicam a produção de derivados lácteos por inibir a multiplicação das culturas utilizadas nesses produtos, e demonstram baixa qualidade da matéria-prima por presença microbiana elevada (TRONCO, 2008). É necessário fazer um ensaio específico para cada um dos contaminantes suspeitos no leite (BRASIL, 2006), sendo descritos nos manuais de análises de alimentos que também são referenciados pelo MAPA.

6.1. Detecção de formol destilado e formol rápido

A análise do formol destilado deve seguir as orientações da IN n° 68/2006, sendo adicionados 100 mL de leite em um balão de Kjeldahl, 150 mL de água destilada e 2 mL de ácido fosfórico. A solução é condicionada à fervura em um destilador de formaldeído (Figura 25), até que sejam destilados 50 mL de resíduo de leite. Após isso, são adicionados 5 mL de ácido cromotrópico e 1 mL de resíduo de leite em um tubo de ensaio tampado e levado ao banho-maria a uma temperatura de 100°C por 15 minutos. Em caso da detecção da presença de formol na amostra, ocorre a formação de um anel lilás.

O método rápido, por sua vez, segue metodologia alternativa, conforme descrito por Tronco (2008). São adicionados 10 mL de leite a um tubo de ensaio, juntamente com 2 mL ácido sulfúrico 50% e 0,5 mL de percloroeto de ferro 2%. A solução é então submetida ao banho-maria de 100°C por dois minutos.

Em caso positivo para presença de formol, a solução apresenta-se com coloração violácea pois o formaldeído, quando em meio ácido contendo íon férrico, produz por aquecimento um complexo de coloração roxa (Figura 26).



Figura 25. Destilador de formaldeído utilizado na análise para detecção de formol.



Figura 26. Interpretação do teste do formol.

O **formol rápido** é realizado com 2mL de ácido sulfúrico 50% e 0,5mL de perclorato de ferro 2% adicionados a 10 mL de leite pipetados no tubo de ensaio, colocados em banho-maria a 100°C durante 2 minutos, o resultado negativo permanece branco e o positivo apresenta coloração rosácea (Figura 27).



Figura 27. Coloração violácea em amostra positiva para formol (esquerda) e controle negativo (direita), através do método rápido.

6.2. Detecção de peróxido de hidrogênio

Para detecção de **peróxido de hidrogênio** são aquecidos 10ml de leite em banho-maria a 35°C por 5 minutos, adicionados 2mL de guaiacol e 2mL de leite cru do respectivo tanque e interpretado o resultado, sendo positivo da cor salmão, e negativo branco conforme Figura 28.



Figura 28. Resultado da análise de peróxido de hidrogênio positivo e negativo.

7. Neutralizantes de acidez

Segundo Scherer (2015), a acidez elevada pode indicar presença de microrganismos degradantes de lactose, levando à conversão em ácido láctico e consequente coagulação do leite. A fraude por adição de neutralizantes (substâncias alcalinas) tem como finalidade a redução da acidez até níveis aceitos pela legislação, resultando em um leite de péssima qualidade que atende aos parâmetros impostos. De acordo com Oliveira e Santos (2021) a presença de neutralizantes também pode ocorrer por falhas na higienização de equipamentos e utensílios utilizados na obtenção do leite.

7.1. Detecção de bicarbonato

O **bicarbonato** é uma adição fraudulenta no leite como neutralizantes/redutores de acidez, visando mascarar o leite ácido muitas vezes causado pela ação de microrganismos que degradam a lactose em ácido láctico.

Para detecção de bicarbonato são adicionados 10mL de álcool etílico neutralizado 96% a 5mL de leite, devendo ser agitado e então acrescentadas duas gotas de ácido rosólico para homogeneização e interpretação do resultado, sendo negativo alaranjado/amarelado claro, e positivo rosa ou vermelho (Figura 29).

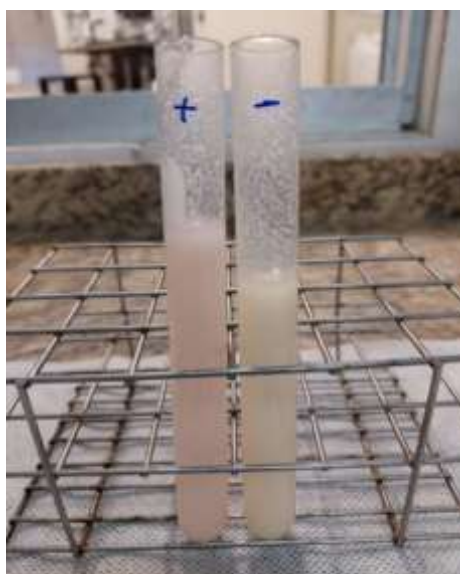


Figura 29. Resultado da análise de bicarbonato positivo e negativo.

7.2. Detecção de hidróxido de sódio

Para o **hidróxido de sódio** foram utilizados 2mL de leite e 4 gotas de alizarina 2%, agitados no tubo de ensaio, devendo ficar laranja como resultado negativo e violáceo como resultado positivo (Figura 30).



Figura 30. Resultado da análise de hidróxido de sódio positivo e negativo respectivamente.

8. Programas de análises oficiais

As análises laboratoriais são necessárias para cumprir os requisitos relacionados à conformidade dos produtos de origem animal.

O SIF/MAPA realiza a coleta de amostras em atendimento aos programas oficiais do DIPOA entre eles, estão o Programa de Avaliação de Conformidade de Produtos de Origem Animal (PACPOA) e o Plano Nacional de Controle de Resíduos e Contaminantes (PNCRC).

A frequência da fiscalização nos estabelecimentos de leite e derivados é realizada de forma periódica e definida de acordo com o cálculo do Risco Estimado associado ao estabelecimento (R) que considera o volume de produção, o risco inerente ao produto e o desempenho do estabelecimento conforme disposto no Manual para cálculo do risco estimado associado a estabelecimentos para Cálculo do R. Os valores de R determinam a frequência de fiscalização mínima, podendo ser anual, semestral, bimestral ou quinzenal.

A Verificação oficial de elementos de controle (VOEC) das não conformidades (NC) identificadas durante as visitas técnicas oficiais de inspeção devem ser registradas nos campos específicos do Formulário da Verificação Oficial (VOEC), anexos II e III da Norma Interna DIPOA nº 01 de 2017, conforme determinações do Ofício Circular DIPOA nº 82, de 22 de dezembro de 2021, e as ações fiscais adotadas devem ser firmadas através dos documentos padronizados que constam no manual de procedimentos de autuação e relatoria para o serviço de inspeção de produtos de origem animal. A descrição de cada não conformidade constatada durante os procedimentos de fiscalização deve ser objetiva, clara e específica, de modo que todos sejam capazes de compreender objetivamente qual é a não conformidade em causa e, dessa forma, ser possível atuar sobre tal.

Cabe aos responsáveis pelo estabelecimento (RT, controle de qualidade, gerência), responder ao VOEC através do Plano de Ação para resolução das NC constatadas durante o processo de inspeção na indústria. Vale ressaltar que, as NC podem ser físicas (equipamentos e instalações); humanas (pessoal,

treinamentos e recursos humanos); produto (formulações, matéria-prima, produto acabado, ingredientes, aditivos); processos; rotulagem; documentais (registros, manuais, relatórios, programas de autocontrole).

REFERÊNCIAS

BRASIL. Decreto n. 9.013 de 29 de março de 2017. **Regulamento da inspeção industrial e sanitária de produtos de origem animal - RIISPOA**. Brasília, 2017.

_____. Instrução Normativa nº 68, de 12 de dezembro de 2006. **Oficializa os Métodos Analíticos Oficiais Físico Químicos, para Controle de Leite e Produtos Lácteos**. Brasília, 2006.

_____. Instrução Normativa nº 76, de 26 de novembro de 2018. **Regulamentos Técnicos que fixam a identidade e as características de qualidade que devem apresentar o leite cru refrigerado, o leite pasteurizado e o leite pasteurizado tipo A**. Brasília, 2018.

_____. Instrução Normativa nº 77, de 26 de novembro de 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**. Brasília, 2018.

_____. Instrução normativa nº 55, de 30 de setembro de 2020. **Altera a IN nº 76/2018, que aprova os Regulamentos Técnicos que fixam a identidade e as características de qualidade que devem apresentar o leite cru refrigerado, o leite pasteurizado e o leite pasteurizado tipo A**. Brasília, 2020.

_____. Portaria MAPA nº 146, de 07 de março de 1996. **Dispõe sobre o Regulamento técnico de identidade e qualidade de leite e produtos lácteos**. Brasília, 1996.

_____. Ministério da Agricultura. Circular n. 175 de 16 de maio de 2005. **Procedimentos de Verificação dos Programas de Autocontrole**. Brasília, 2005a.

_____. Ministério da Agricultura. Circular n. 176 de 16 de maio de 2005. **Dispõe sobre modificação das instruções para a verificação do PPHO, encaminhados pela Circular Nº 201/97 DCI/DIPOA e aplicação dos procedimentos de verificação dos Elementos de Inspeção previstos na Circular Nº 175/2005 CGPE/DIPOA**. Brasília, 2005b.

ARAGÃO, E. D. M. **Principais fraudes no leite de bovinos: tipos, métodos de detecção e impactos na saúde pública**. 2021.

CASTANHEIRA, A. C. G. **Manual básico de controle de qualidade de leite e derivados comentado, baseado em metodologias de análises físico-químicas e microbiológicas, contidas nas instruções normativas 68/2006 e 62/2003**. CAPLAB - Indústria e Comércio Ltda., 2010.

DA SILVA, L. C. C., Beloti, V., Tamanini, R., Yamada, A. K., Giombelli, C. J., & Silva, M. R. Estabilidade térmica da caseína e estabilidade ao álcool 68, 72, 75 e 58 78%, em leite bovino. **Revista do instituto de laticínios Cândido Tostes**, v. 67, n. 384. p. 55- 60, 2012.

FERREIRA, A.R.P; MACEDO, L.S.O; ROCHA, T. S.R, NUNES, L.S – Resíduos de antibióticos em leite in natura utilizado para processamento em laticínio localizado no município de Teresina – Piauí. **Rev. Científica Acta Tecnológica**, Vol. 9, nº 1, 2014. Disponível em: <<http://portaldeperiodicos.ifma.edu.br/index.php/actatecnologica/articloe/download/153/190> Acesso em: 03 de maio de 2022.

HORNE, D. S. 2015. Ethanol stability and milk composition. **In: Advanced dairy chemistry**. Volume 1B: Proteins: Applied aspects. 4th ed. McSweeney, P. L. H. and O'Mahony, J. A., eds. Springer, Cork.

MARQUES, T. M.; PIRES, P. R.; LEÃES, F. L. **Avaliação da qualidade de leite cru refrigerado de produtores assistidos pela EMATER/RS no município de São Luiz Gonzaga (RS)**. Revista Principia, João Pessoa, n. 52, p. 117-128, 2020.

MARTIN, José Guilherme Prado. **Resíduos de antimicrobianos em leite—uma revisão**. **Segurança Alimentar e Nutricional**, v. 18, n. 2, p. 80-87, 2011.

PANCIERE, B. M., & RIBEIRO, L. F. Detecção e ocorrência de fraudes no leite fluido ou derivados. **Revista GeTeC**, v. 10, n.27, 2021.

POUPAUD, M. **Compreender a cadeia de suprimento de antibióticos veterinários para abordar a resistência antimicrobiana na RDP do Laos: Funções e interações das partes interessadas envolvidas**. *Acta Tropica*, v. 220, p. 105943, 2021. DOI: 10.1016

SACHI, S. Antibiotic residues in milk: Past, present, and future. **Journal of advanced veterinary and animal research**, v. 6, n. 3, p. 315, 2019.

SANTOS, T. S.; PAULA, H. F.; GOULART, S. M.; CASTRO, L. M.; SANTOS, J. P. V. **Avaliação dos limites de detecção dos testes qualitativos oficiais de redutores de acidez em leite**. *Tecnia*, v.6,n.1p. 34-49, 2021.

SOUZA, L. B., Pinheiro, C. G. M. E., Neto, S. A. G., & Silva, J. B. A. (2017). **Resíduos de antimicrobianos em leite bovino cru no estado do Rio Grande do Norte**. Recuperado de <https://revistas.ufg.br/vet/article/view/e-23050/24510>

SUÑÉ, R. W. **A incidência de amostras de leite com reação positiva ao teste do álcool em diferentes concentrações na região da Campanha do Rio Grande do Sul e a relação com a acidez titulável no acidímetro de Dornic**. Bagé: Embrapa Pecuária Sul, 16p., 2010.

TRONCO, V. M. **Manual para inspeção da qualidade do leite**. 4. ed. Santa Maria:UFSM, 2008. 206p.



www.meridapublishers.com

