

INSTITUTO FEDERAL DE SANTA CATARINA
CÂMPUS SÃO MIGUEL DO OESTE
CURSO SUPERIOR DE TECNOLOGIA EM ALIMENTOS

VANUZA DALL AGNOL

**RELATÓRIO DE ESTÁGIO SUPERVISIONADO:
ACOMPANHAMENTO DO CONTROLE DE QUALIDADE DO LEITE CRU
REFRIGERADO RECEBIDO NO LATICÍNIO COOPEROESTE TERRA VIVA**

São Miguel do Oeste - SC
2018

VANUZA DALL AGNOL

**RELATÓRIO DE ESTÁGIO SUPERVISIONADO:
ACOMPANHAMENTO DO CONTROLE DE QUALIDADE DO LEITE CRU
REFRIGERADO RECEBIDO NO LATICÍNIO COOPEROESTE TERRA VIVA**

Relatório de estágio apresentado ao Curso Superior de Tecnologia em Alimentos do Câmpus São Miguel do Oeste do Instituto Federal de Santa Catarina como requisito parcial para a obtenção do diploma de Tecnólogo em Alimentos.

Orientadora: Patrícia Fernanda Schons

São Miguel do Oeste - SC
2018

VANUZA DALL AGNOL

**ACOMPANHAMENTO DO CONTROLE DE QUALIDADE DO LEITE CRU
REFRIGERADO RECEBIDO NO LATICÍNIO COOPEROESTE TERRA VIVA**

Este trabalho foi julgado adequado como requisito parcial para obtenção do título de Tecnólogo em Alimentos, pelo Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Santa Catarina, e aprovado na sua forma final pela comissão avaliadora abaixo indicada.

Local, dia, mês e ano.

Patrícia Fernanda Schons, Dra
Orientadora
Instituto Federal de Santa Catarina

Leidiani Müller, Dra.
Instituto Federal de Santa Catarina

Stephanie Silva Pinto, Dra
Instituto Federal de Santa Catarina

As assinaturas da banca estão devidamente registradas na ata de defesa e arquivadas junto à Coordenação do Curso.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente a Deus por me proporcionar saúde e força para superar as dificuldades.

À professora Patrícia Fernanda Schons, pela orientação, apoio, confiança, e pelos conhecimentos transmitidos durante o desenvolvimento do relatório de estágio.

À Cooperoeste Terra Viva, pela oportunidade de validação deste estágio, especialmente à equipe técnica pela colaboração prestada sempre que solicitado.

Ao Instituto Federal, pelo ambiente próprio à evolução e crescimento, bem como a todas as pessoas que o tornam assim tão especial para quem o conhece.

RESUMO

A qualidade do leite consumido é uma constante preocupação dos técnicos e autoridades ligados à área da saúde e laticínios bem como dos consumidores. Atualmente muitas fraudes estão sendo descobertas, sendo que o leite é um dos alimentos mais comumente adulterados. As fraudes são responsáveis por causar prejuízos econômicos, riscos à saúde dos consumidores e problemas para as indústrias, como a diminuição do rendimento industrial dos derivados lácteos. A indústria leiteira tem sido cada vez mais exigente com seus fornecedores de matéria-prima, procurando obedecer a legislação vigente e aperfeiçoando as metodologias que detectam novos tipos de fraudes. As atividades de estágio foram realizadas na indústria beneficiadora de leite Cooperoeste Terra Viva. Durante o estágio no laticínio Cooperoeste Terra Viva, foi possível acompanhar as análises físico-químicas realizadas no recebimento do leite, bem como saber empregá-las de acordo com sua finalidade para avaliação da qualidade da matéria-prima através da detecção de possíveis fraudes como: adição de água, neutralizantes de acidez, reconstituintes de densidade, antibióticos e conservantes. O rastreamento de substâncias fraudulentas acontece mediante análises de rotina como: acidez, crioscopia, cloretos, formol, amido, peróxido, agentes alcalinos, entre outras. O estágio possibilitou a aplicação dos conhecimentos adquiridos durante o curso, comprovando, ao final, a importância da cadeia produtiva do leite e o quanto é significativo trabalhar de forma séria e cumprir com as normas estabelecidas.

Palavras-Chave: Legislação. Fraudes. Leite. Análises Físico-químicas.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1-Lavagem externa do caminhão	23
Figura 2- Pesagem do caminhão	24
Figura 3- Coleta do leite na plataforma	25
Figura 4- Resultado para o teste do alizarol.....	26
Figura 5- Leite normal.....	27
Figura 6- Leite instável ou ácido.....	27
Figura 7- Análise de acidez	28
Figura 8- Determinação da densidade.....	29
Figura 9- Crioscópio eletrônico	30
Figura 10- Determinação de gordura pelo método de Gerber	31
Figura 11- Ekomilk	32
Figura 12- Teste de fosfatase alcalina	34
Figura 13- Teste de peroxidase	34
Figura 14- Resultado para análise de cloretos.....	35
Figura 15- Resultado para análise de amido	36
Figura 16- Análise de álcool etílico	37
Figura 17-Resultado para a análise de alcalinos	38
Figura 18 Resultado para análise de peróxido de hidrogênio	39
Figura 19- Análise de formaldeído: Método por Destilação	40
Figura 20- Resultado para análise de cloro e hipoclorito.....	41
Figura 21- Teste rápido Proqui-Test R.....	42
Figura 22- Interpretação do resultado do teste	42
Figura 23- Eclipse 50	43
Figura 24- Interpretação do resultado do teste	44

LISTA DE TABELAS

Tabela 1-Varição na composição percentual dos componentes do leite de ovelhas, vacas e cabra	12
Tabela 2- Requisitos físico-químicos para o leite cru refrigerado	18
Tabela 3 - Princípios químicos adicionados ao leite e suas finalidades	19

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	9
1.1 Objetivos	10
1.1.1 Objetivo geral.....	10
1.1.2 Objetivos específicos.....	10
2 A EMPRESA	11
2.1 Caracterização do Local do Estágio	11
3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	12
3.1 COMPOSIÇÃO E VALOR NUTRITIVO DO LEITE.....	12
3.1.1 Gordura	13
3.1.2 Proteína	14
3.1.3 Lactose	14
3.1.4 Vitaminas e minerais	14
3.1.5 Células Somáticas	15
3.2 CONTROLE DE QUALIDADE DO LEITE CRU	16
3.2.1 Ordenha e transporte	16
3.2.2 Coleta e Recepção do leite	16
3.3 LEGISLAÇÃO VIGENTE QUE TRATA DA QUALIDADE DO LEITE	17
3.3.1 Decreto nº 9.013 de 29/03/2017 – RIISPOA	17
3.3.2 IN nº 62 de 29/12/2011 e IN nº 68 de 12/12/2006 - MAPA	18
3.4 ALTERAÇÃO INTENCIONAL NA COMPOSIÇÃO DO LEITE	18
3.4.1 Fraude por adição de água.....	20
3.4.2 Fraude por adição de reconstituintes	20
3.4.3 Fraude por adição de conservantes	21
3.5 AVALIAÇÃO MICROBIOLÓGICA DO LEITE	21
4 ATIVIDADES DESENVOLVIDAS	22
4.1.1 Coleta do leite e recepção na indústria.....	22
4.1.2 Coleta do leite na plataforma.....	24
4.2 DETERMINAÇÕES FÍSICO-QUÍMICAS DO LEITE CRU REFRIGERADO	25
4.2.1 Teste do alizarol.....	25
4.2.2 Teste do álcool.....	26
4.2.3 Determinação de acidez titulável – Método Dornic	27
4.2.4 Densidade à 15°C.....	28

4.2.5 Crioscopia.....	29
4.2.6 Gordura	30
4.2.6.1 Método Gerber.....	30
4.2.6.2 Ekomilk	31
4.2.6.3 Extrato Seco Total e Desengordurado	32
4.2.7 Teste de Peroxidase e fosfatase	33
4.3 Pesquisa de Reconstituintes de Densidade.....	34
4.3.1. Cloretos	34
4.3.2 Açúcares / Sacarose.....	35
4.3.3 Amido	36
4.3.4 Álcool Etfílico	36
4.4 Pesquisa de Neutralizantes de Acidez.....	37
4.4.1. Determinação de agentes alcalinos (Método com Ácido Rosólico)	37
4.5 Pesquisa de Conservantes.....	38
4.5.1. Peróxido de Hidrogênio - Método B: Guaiacol.....	38
4.5.2. Formaldeído: método por destilação.....	39
4.5.3. Cloro e Hipoclorito	40
4.6 Presença de Antibióticos.....	41
4.6.1 Proqui-Test RR.....	42
4.6.2 Teste Eclipse 50.....	43
5 CONSIDERAÇÕES FINAIS	455
REFERÊNCIAS.....	466

1 INTRODUÇÃO

A produção de leite e seus derivados se distingue pelas propriedades nutricionais e pelo papel econômico e social nas condições que o produzem. A exploração da atividade leiteira fornece oportunidades a uma diversidade de atividades econômicas tais como: agricultura familiar, empresas rurais, agroindústrias, cooperativas de produção, indústrias de derivados, comércio de insumos, e supermercados (MARQUES, 2004).

No ano de 2013, a produção mundial de leite foi de 746,7 milhões de toneladas, considerando que a Índia e os Estados Unidos ocupam o primeiro e segundo lugar em produção de leite no mundo com 93 e 78,8 milhões de toneladas, respectivamente. O Brasil ocupa a quinta posição na cadeia produtiva de leite, registrando em 2013, 34,4 milhões de toneladas (FAOSTAT, 2015). Da mesma forma dentro da região sul, a região do Extremo Oeste de Santa Catarina tem conquistado seu espaço. O volume de envase de leite é de 1,6 milhões de litros/dia somente na região limítrofe do município de São Miguel do Oeste /SC (RODRIGUES et al, 2015).

No entanto, mesmo com aumento da produção leiteira, a cadeia produtiva do leite vem enfrentando algumas dificuldades como: aumento da carga tributária no setor, aumento dos custos de produção, e, principalmente, fraudes e adulterações no produto. O leite é considerado fraudado quando é realizado o desnate antes de seu processamento ou quando são adicionadas substâncias proibidas pela legislação. Atualmente as fraudes são práticas comuns no leite e têm como objetivos principais aumentar o volume e mascarar as alterações provocadas pelos microrganismos (BHEMER, 1984).

Portanto, é de fundamental importância avaliar as características físico-químicas do leite, visando identificar a presença de possíveis adulterações, efetuando um controle mais seguro e rigoroso do produto, a fim de garantir sua qualidade final, evitando perdas econômicas e, principalmente, preservando a saúde dos que o consomem (WANDERLEY et al., 2012).

Assim sendo, o objetivo deste relatório de estágio foi acompanhar as atividades desenvolvidas em um laboratório de análises físico-químicas de leite cru, associando a teoria com a prática e relacionando os resultados analíticos com os requisitos estabelecidos pela legislação, contribuindo para a identificação de possíveis adulterações que podem comprometer a segurança do produto final.

1.1 Objetivos

1.1.1 Objetivo geral

Acompanhar através de análises físico-químicas, a qualidade do leite cru recebido pela indústria de Laticínios Cooperoeste Terra Viva.

1.1.2 Objetivos específicos

- Aplicar análises físico-químicas relacionadas ao recebimento do leite cru refrigerado;
- Verificar a qualidade do leite recebido e se o mesmo se encontra apto para o processamento e consumo;
- Comparar os parâmetros avaliados com os valores descritos na legislação vigente;
- Identificar alterações na qualidade e fraudes no leite cru refrigerado.

2 A EMPRESA

2.1 Caracterização do Local do Estágio

As atividades de estágio foram realizadas na empresa Cooperoeste Terra Viva localizada na BR- 163, Km 76, na Linha Bela Vista das Flores, no município de São Miguel do Oeste – SC. A Cooperoeste Terra Viva foi criada em 1996 a partir da luta de trabalhadores rurais sem terra na região de São Miguel do Oeste. Desde então, a indústria se tornou um símbolo da resistência do Movimento dos Trabalhadores Sem Terra (MST) frente ao agronegócio.

Atualmente, a Cooperoeste possui em torno de 230 funcionários e capacidade de processar 500 mil litros de leite por dia. Para o envase do leite longa vida conta com cinco máquinas de produção dos fabricantes SIG e Tetra Pack, possuindo um robô para a paletização.

Os produtos Terra Viva chegam até a mesa de mais de 1.700.000 pessoas no sul e centro oeste do Brasil com um mix de vários produtos, entre eles: creme de leite, nata, achocolatado, bebida láctea, e doce de leite. Também comercializam leite condensado, pepinos em conserva e diversos tipos de queijos, estes produzidos em outras filiais com a marca Terra Viva.

O papel que a Cooperoeste desempenha é fundamental para o desenvolvimento autossustentável da região, priorizando qualidade de seus produtos, e a segurança do consumidor.

3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

3.1 COMPOSIÇÃO E VALOR NUTRITIVO DO LEITE

De acordo com a Instrução Normativa 62 de 29 de dezembro de 2011, entende-se por leite, o produto proveniente da ordenha completa e ininterrupta, em condições de higiene de vacas saudáveis, bem alimentadas e descansadas (BRASIL, 2011).

A composição do leite de vaca compreende a 87,3 % de água, e o restante de glicídios (principalmente a lactose), gorduras, proteínas (predominantemente caseína e albumina), minerais e vitaminas. A quantidade desses constituintes são influenciadas por fatores como raça, idade, variações climáticas, período de lactação e alimentação do animal (RODRIGUES, 2011).

A diferença composicional do leite de vaca se comparado a outras espécies é significativa. Em relação ao leite de cabra, o leite de ovelha tem maiores taxas de proteína bruta, gordura e sólidos totais, enquanto não há diferenças significativas em relação aos teores de lactose. O teor de nitrogênio não proteico é menor do que o observado no leite de cabra (HADJIPANAYIOTOU, 1995). As concentrações de cálcio e magnésio do leite de ovelhas são maiores do que as do leite de cabras e vacas, enquanto as taxas de sódio e citrato são mais baixas (SOUZA et.al., 2005). A tabela 1 apresenta a diferença composicional dos leites de ovelhas, vacas e cabras.

Tabela 1-Variação na composição percentual dos componentes do leite de ovelhas, vacas e cabra

Animal	Nutrientes %						
	Água	Gordura	Soro do leite	Total	Lactose	Minerais (cinzas)	Energia (Kcal/100g)
Ovelha	82,0	7,2	0,7	4,6	4,8	0,9	102
Vaca	87,3	3,9	0,6	3,2	4,6	0,7	66
Cabra	86,7	4,5	0,6	3,2	4,3	0,8	70

Fonte: PARK e JACOBSON (1996, Tabela 1 modificada).

O leite é considerado um dos alimentos mais completos devido sua rica composição, e por este motivo, é fundamental para a alimentação humana. Além disso, por ser considerado um alimento bastante rico em nutrientes, o leite cru é um excelente meio de cultura e contribui para o desenvolvimento de uma grande diversidade de microrganismos tanto desejáveis quanto indesejáveis (patogênicos e deteriorantes). A presença desses microrganismos pode alterar as características do leite comprometendo sua inocuidade (PANCOTTO, 2011).

A qualidade do leite está diretamente relacionada à sua composição, já que diversas propriedades sensoriais e industriais dependem dela. No leite, os teores de alguns componentes podem alterar-se expressivamente, como a gordura e a proteína, enquanto outros, como a lactose e os minerais, variam em menor proporção (MONARDES, 1998). A composição do leite possui caráter decisório para o estabelecimento da sua qualidade nutricional e aptidão para processamento e consumo humano (PEREIRA et al., 2001).

No atual mercado competitivo, as indústrias devem investir em qualidade. Uma vez que não há como melhorar a qualidade do leite por meio de processos industriais, a única alternativa de se garantir o fornecimento de um produto seguro, nutritivo e saboroso ao consumidor é o controle das condições de produção, conservação e transporte do leite cru antes de chegar na indústria (DURR, 2004).

A qualidade do leite pode ser estimada através da avaliação de sua composição físico-química, pois como a maioria das indústrias paga pela qualidade da matéria-prima recebida, é importante identificar animais que produzam leite de melhor qualidade (GONZÁLES et al., 2001).

3.1.1 Gordura

De acordo com Durr (2000), a secreção da gordura é realizada através das células epiteliais mamárias na forma de glóbulos gordurosos, principalmente compostos de triglicerídeos rodeados de uma dupla camada lipídica. Esta membrana contribui para a estabilização do glóbulo de gordura, formando uma emulsão dentro da fase aquosa do leite.

A principal função dos lipídios na dieta é servir como fonte de energia, sendo também importante como fonte de vitaminas lipossolúveis e ácidos graxos essenciais, os quais contribuem consideravelmente para as características sensoriais do produto. A gordura é o componente do leite com maior variação dentro de uma mesma espécie e raça, principalmente por fatores nutricionais e/ou metabólicos (GONZÁLEZ, 2001).

A gordura do leite possui uma composição complexa. Os triglicerídeos constituem 98 % da gordura láctea, e os di e monoglicerídeos e os ácidos graxos livres se encontram em pequenas quantidades. Também contém proporções mensuráveis de fosfolipídios e colesterol (OLIVEIRA, 2009). Com o avanço do estágio de lactação ocorre um aumento significativo na porcentagem de gordura do leite. Por outro lado, vacas no início da lactação também apresentam elevação do teor de gordura no leite, por terem lipomobilização resultante do balanço energético negativo (CARVALHO et al, 2002).

3.1.2 Proteína

O leite bovino contém cerca de 3,5% de proteínas. A composição proteica do leite reúne várias proteínas específicas, sendo que as caseínas são as proteínas mais importantes (85% das proteínas lácteas). A caseína é sintetizada exclusivamente na glândula mamária e é anfipática (características hidrofílicas e hidrofóbicas), se agrega formando grânulos insolúveis chamados “micelas” sendo unida através de fosfato de cálcio. As demais proteínas do leite estão em forma solúvel. As principais proteínas do soro do leite de vaca são a β -lactoglobulina e a α -lactoalbumina e são sintetizadas pela glândula mamária. A α -lactoalbumina representa 2,5% do total de proteínas e funciona como uma das subunidades da enzima lactase-sintetase (GONZÁLEZ, NORO, 2011).

3.1.3 Lactose

De acordo com González (2001), a lactose é o principal carboidrato do leite de todos os mamíferos, sendo essencial para a síntese do leite. A concentração de lactose no leite varia consideravelmente entre as espécies e o teor de lactose no leite varia conforme a alimentação do animal, decrescendo durante a lactação.

Em razão da estreita relação entre a síntese de lactose e a quantidade de água drenada para o leite, o conteúdo de lactose é o componente que tem menor variação em função de fatores ambientais. Alterações na dieta não teriam efeitos significativos no teor da lactose, embora condições extremas de subnutrição possam reduzi-lo (GONZÁLEZ, 2001).

Nos produtos lácteos, a lactose desempenha papéis importantes sendo o substrato da fermentação pelas bactérias lácticas que a hidrolisam em galactose e glicose e em seguida a transformam em ácido láctico. É comumente utilizada como ingrediente alimentício em razão de sua propriedade de estabilizar proteínas e de possuir baixo poder edulcorante, sendo também considerada uma importante fonte de energia na dieta e pode facilitar a absorção de cálcio (OLIVEIRA, 2009).

O teor de lactose reduz significativamente à medida que aumenta a idade das vacas. Fatores que rompem o equilíbrio metabólico da glândula mamária, tal como a mastite, podem diminuir o conteúdo de lactose do leite (SCHMIDT, 1974).

3.1.4 Vitaminas e minerais

O leite possui todos os minerais necessários à espécie humana. Os sais minerais enriquecem o valor nutricional do leite contribuindo para a sustentação dos ossos e o desenvolvimento dental. Os bicarbonatos, sulfatos, carbonatos, cloretos, fosfatos e citratos de potássio, sódio, cálcio e magnésio são considerados sais naturalmente presentes no leite (OLIVEIRA, 2009).

Os principais minerais encontrados no leite são cálcio e fósforo, que estão basicamente associados com a estrutura das micelas de caseína. Assim, o soro do leite tem relativamente pouco cálcio e fósforo se comparado com leite integral. O leite também contém pequenas quantidades dos demais minerais encontrados no organismo animal (GONZÁLEZ, 2001).

De acordo com Oliveira (2009), as vitaminas são compostos orgânicos essenciais obtidos através da alimentação e não participam do processo de síntese. Grande maioria das vitaminas são perdidas durante o processamento térmico e armazenamento do leite. A principal classificação das vitaminas baseia-se em sua solubilidade em água sendo classificadas em hidrossolúveis e lipossolúveis. O leite é fonte de vitaminas lipossolúveis (A, D, E, e K), e hidrossolúveis (tiamina, riboflavina, nicotinamida, biotina, cobalamina, ácido pantotênico, piridoxina, ácido fólico e ácido ascórbico).

3.1.5 Células Somáticas

As células somáticas são células originárias do sangue do animal (glóbulos brancos ou leucócitos), que migram da corrente sanguínea para o interior dos alvéolos, onde o leite é secretado (TRONCO, 2008).

O termo células somáticas envolve diferentes elementos celulares, normalmente presentes no leite, e compreende leucócitos, sobretudo neutrófilos e células de descamação do epitélio secretor da glândula mamária. Por inúmeros fatores que influenciam a contagem de células somáticas no leite, existe a necessidade de se atentar à interpretação de seus resultados. Porém, está bem definido que a infecção da glândula mamária (mastite) é a causa de maior interferência, pois as células de defesa migram do sangue para o local de infecção, com o objetivo de combater o agente causador, aumentando desta forma a contagem de células somáticas do leite (ZAFALON et al, 2005).

Nota-se que a contagem de células somáticas, além de mostrar como está o estado de saúde da glândula mamaria do animal, é usada há muito tempo por diferentes países como indicador da qualidade higiênica do leite. As elevadas contagens de células somáticas, geralmente indicam perda de produção leiteira e prejuízos para a indústria, além de influenciar

negativamente nas características sensoriais do leite, favorecendo o desequilíbrio salino e a instabilidade térmica do mesmo (KOBBLITZ, 2011).

3.2 CONTROLE DE QUALIDADE DO LEITE CRU

A qualidade do leite pode ser analisada seguindo dois pontos principais: o aspecto higiênico, referente ao manejo, e o segundo referente à análise da composição físico-química do leite que está relacionada ao teor de sólidos totais, lactose, proteínas e teor de gordura, os quais terão relação significativa nas propriedades nutritivas, sensoriais e de processamento do leite (BRITO; BRITO, 2009).

3.2.1 Ordenha e transporte

O início do processo produtivo do leite é caracterizado pela ordenha do animal, podendo ser manual, com maior risco de contaminação microbológica, ou mecanizado que exige um investimento maior pela utilização de ordenhadeiras. Porém, é um sistema que emprega alta tecnologia e, conseqüentemente, é considerado uma prática que reduz o risco de contaminação (DRESCHLER, 2013).

O ambiente da ordenha deve oferecer segurança aos animais e ao ordenhador e deve dispor de uma estrutura adequada para que o mesmo possa realizar todos os procedimentos necessários para garantir a qualidade do produto. Tais procedimentos envolvem desinfecção dos tetos dos animais, verificação de mastite no momento do início da ordenha, descarte dos três primeiros jatos de leite, uso de pré e pós dipping, transporte do produto para o tanque de resfriamento sem contato com meio externo, limpeza e desinfecção das instalações pós ordenha e, sobretudo, deve garantir o bem estar animal (ROSA, 2009).

3.2.2 Coleta e Recepção do leite

O resfriamento do leite logo após a ordenha, e a coleta granelizada, são medidas importantes para garantir a qualidade microbológica do leite. No entanto, a aplicação isolada dessas medidas não é suficiente, sendo necessário a adoção de práticas higiênicas, durante toda a etapa produtiva para que a indústria possa receber o leite granelizado com uma baixa contagem bacteriana total (NERO, 2005).

Segundo Brasil (2011), o controle da temperatura do leite é um fator muito importante para garantir a sua conservação. A temperatura ideal para o acondicionamento do leite na propriedade é 4 °C, portanto, recomenda-se que no período máximo de 3 horas após o término

da ordenha, o leite atinja esta temperatura. No momento da coleta do leite destinado à indústria, o mesmo deve apresentar temperatura de, no máximo, 7 °C e deve chegar à indústria com temperatura máxima de 10 °C.

Durante a coleta do leite na propriedade, também deve ser realizado o teste do alizarol que consiste em uma análise qualitativa que estima a estabilidade térmica do leite, simulando o processo que o leite será submetido na indústria, permitindo identificar se o leite está normal, ácido ou com acidez menor do que o normal (leite alcalino). De acordo com a legislação, se for constatado pelo transportador que o leite não está adequado, cabe a ele rejeitar o leite, o qual deve permanecer na propriedade (TRONCO, 1997).

3.3 LEGISLAÇÃO VIGENTE QUE TRATA DA QUALIDADE DO LEITE

As legislações pertinentes ao leite e seus derivados compreendem Instruções Normativas, Resoluções, Portarias e Decretos. Essas normas jurídicas regulamentam a identidade e a qualidade do leite em todas as suas etapas, desde a produção, passando pela industrialização, até o seu comércio (BETIOLI, 2013).

No Brasil a qualidade dos alimentos de origem animal como o leite e seus derivados, necessita de aperfeiçoamento e modernização pelos órgãos fiscalizadores. Alimentos destinados ao consumo humano devem atender a vários parâmetros de qualidade, desde a matéria-prima até o produto final. A legislação existente para atender as especificações relacionadas à qualidade do leite compreendem o Decreto nº 9.013 de 29/03/2017 – RIISPOA, a Instrução Normativa nº 62 de 29/12/2011-MAPA, a Instrução Normativa nº 7 de 03/05/2016 – MAPA, revogada pela IN 31/2018 e a Instrução Normativa nº 68 de 12/12/2006 - MAPA (BRASIL, 2017).

3.3.1 Decreto nº 9.013 de 29/03/2017 – RIISPOA

O RIISPOA (Regulamento de Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal) foi aprovado em 29 de março de 2017, e o mesmo “estabelece a inspeção e a fiscalização de estabelecimentos de produtos de origem animal que realizem o comércio interestadual ou internacional”, sendo que a verificação do cumprimento das condições estabelecidas pelo decreto é de responsabilidade do DIPOA (Departamento de Serviço de Inspeção Federal) correlacionado com o SIF (Sistema de Inspeção Federal) e associado ao MAPA (Ministério de Agricultura, Pecuária e Abastecimento). Basicamente, este decreto aborda aspectos de inspeção desde a obtenção da matéria-prima, até a disposição do produto

final para venda, ou seja, toda a cadeia produtiva (BRASIL, 2017).

3.3.2 IN nº 62 de 29/12/2011 e IN nº 68 de 12/12/2006 - MAPA

A Instrução Normativa nº 62 de 29/12/2011 – MAPA, é um regulamento técnico de produção, identidade e qualidade (RTIQ), do leite pasteurizado, leite cru refrigerado, leite tipo A e o regulamento para coleta de leite cru refrigerado. Relata o armazenamento do leite na propriedade, o transporte, recepção e possíveis linhas de produção que esta matéria-prima pode seguir (BRASIL, 2011).

De acordo com Brasil (2011), no que diz respeito ao controle de qualidade, a Instrução Normativa nº 62 de 29/12/2011 - MAPA destaca que, anteriormente a entrada da matéria-prima, a indústria necessita de uma avaliação geral que de acordo com a legislação deve-se proceder com as seguintes análises físico-químicas de recepção indicadas na Tabela 2 as quais são de caráter obrigatório.

Tabela 2- Requisitos físico-químicos para o leite cru refrigerado

Requisitos	Limites
Matéria gorda(g/100g)	Mínimo 3,0
Proteínas (g/100g)	Mínimo 2,9
Extrato seco desengordurado(g/100g)	Máximo 8,4
Extrato seco total (g/100g)	Máximo 11,4
Índice crioscópico (°H)	- 0,530 ° H à - 0,555 ° H
Acidez titulável, g de ácido láctico/100mL	0,14 a 0,18
Densidade relativa a 15°C (g/ml)	1,028 a 1,034

Fonte: BRASIL (2011).

As análises físico-químicas de recepção do leite devem ser realizadas de acordo com o estabelecido pela Instrução Normativa nº 68 de 12/12/2006 – MAPA, que indica os métodos oficiais para o controle de qualidade de leite e produtos lácteos (BRASIL, 2006).

3.4 ALTERAÇÃO INTENCIONAL NA COMPOSIÇÃO DO LEITE

O leite é considerado fraudado quando ocorre o desnate antes de seu processamento ou quando são adicionadas substâncias proibidas pela legislação, como água, neutralizantes de acidez, reconstituintes de densidade, substâncias conservadoras ou de quaisquer elementos

estranhos a sua composição (BRASIL, 2010).

As fraudes no leite são empregadas de forma proposital e objetivam aumentar o volume e controlar as alterações provocadas pelos microrganismos. Além disso, contribuem para alterar as características e os componentes, com o objetivo de receber bonificações em sistemas de pagamentos por qualidade, criando assim, competição desleal e impacto negativo na economia (VIOTTO; CUNHA, 2006).

De acordo com Brasil (2011), a pesquisa de fraudes é obrigatória somente para o leite cru, e se houver falhas no controle realizado pela indústria, a falta de determinação legal para leite pasteurizado ou UHT (Ultra High Temperature), expõe o consumidor ao produto adulterado.

Através de análises físico-químicas realizadas nas indústrias de leite no recebimento do leite cru, podem ser identificadas diversas fraudes. A pesquisa por novas técnicas de análise são desenvolvidas a demanda de um novo tipo de fraude que esteja sendo utilizado, portanto é fundamental que as indústrias disponham de laboratórios equipados, profissionais treinados, e se mantenham atualizadas em relação à legislação e as novas metodologias. Na indústria, o controle de qualidade aplica esses métodos para que a matéria-prima possa ser selecionada para monitoramento e padronização dos produtos durante o processo de fabricação e para a garantia de que o produto atenda às normas da legislação (DRECHSLER, 2013). Didaticamente, as fraudes em leite podem ser classificadas segundo os princípios químicos adicionados ao leite e suas finalidades, como mostra a Tabela 3.

Tabela 3 - Princípios químicos adicionados ao leite e suas finalidades

Princípios	Finalidade
Fraudes por adição de água	Aumentar o volume do leite
Fraudes por adição de reconstituintes	Aumentar o volume e mascarar a adição de água
Fraudes por adição de conservantes	Aumentar a durabilidade do leite
Fraudes por adição de neutralizantes	Mascarar a acidez da fermentação microbiana

Fonte: FAGNANI (2016)

3.4.1 Fraude por adição de água.

Para aumentar o volume do leite, a fraude mais frequente é a adição de água. A adição fraudulenta de água também pode comprometer a qualidade microbiológica do leite e consequentemente a saúde do consumidor, pois, na maioria das vezes, a água utilizada não possui tratamento (FAGNANI, 2016).

Além da água, outros líquidos também podem ser adicionados visando o aumento do volume do leite, como por exemplo, soro de queijo e até mesmo urina. A detecção dessas substâncias torna-se bastante complicada, uma vez que esses líquidos possuem baixo ponto de congelamento, o que aumenta a dificuldade em identificá-las. A urina é menos densa quando comparada ao leite e, caso não haja correção da sua densidade, essa fraude será facilmente detectada pelos testes de rotina. Porém, o soro possui densidade semelhante à do leite, dificultando sua detecção (FAGNANI, 2016).

Atualmente, o método mais recomendado para a quantificação do soro de queijo é o indicador GMP (Glicomacropéptido) que detecta a presença do ácido N-acetil-neuramínico (NANA, também denominado ácido siálico) (WARREN, 1959).

3.4.2 Fraude por adição de reconstituintes

Os reconstituintes são substâncias adicionadas intencionalmente para camuflar a densidade ou a crioscopia do leite. De acordo com a IN 62/2011, não é permitida a utilização de aditivos e coadjuvantes de tecnologia na elaboração do leite pasteurizado.

Apesar de algumas substâncias não possuírem efeito direto na densidade ou na crioscopia, muitas servem para recompor a composição proteica do leite. Assim, para mascarar esse efeito diluidor, substâncias como a ureia e a melamina podem ser adicionadas de maneira fraudulenta (FAGNANI, 2016).

A melamina (2,4,6-triamino-1,3,5 triazina) é usada na produção de resinas, colas e plásticos. Esta substância se encontra naturalmente presente nos alimentos em baixas concentrações (e por isso não tóxicas), devido a migração das embalagens. A melamina pode ser adicionada ao leite com o objetivo de mascarar a adição de água e elevar falsamente o teor de nitrogênio total, interferindo na quantificação de proteínas (SHARMA; PARADAKAR, 2010).

3.4.3 Fraude por adição de conservantes

Outro tipo de fraude do leite é a adição de formol, ácido bórico, peróxido de hidrogênio, hipocloritos e ácido salicílico empregados como conservantes. Essas substâncias são adicionadas de forma proposital, possuindo a capacidade de destruir os microrganismos e/ou impedir a sua multiplicação (BEHMER, 1984).

Os conservantes são caracterizados por apresentarem compostos altamente tóxicos, que, quando ingeridos, podem provocar intoxicação aguda, irritações e queimaduras do trato gastrointestinal, causando sérios riscos à saúde do consumidor. O formol e o peróxido de hidrogênio, por exemplo, são utilizados de forma fraudulenta visando paralisar a atividade microbiana (FAGNANI, 2016).

5.1.4 Fraudes por adição de neutralizantes

De acordo com Fagnani (2016), durante o processo de deterioração, os microrganismos produzem diversos metabólitos que alteram a composição natural do leite. Um exemplo é a deterioração provocada por aeróbios mesófilos (microrganismos que degradam a lactose e produzem ácido lático que diminui o pH do leite conferindo característica de azedo). Para encobrir esse processo, substâncias básicas são adicionadas para mascar o pH do leite, que varia de 6,4 a 6,8.

Essas substâncias identificadas como neutralizantes compreendem o bicarbonato de sódio, a cal e o hidróxido de sódio, também chamado de soda cáustica. Os neutralizantes não apresentam efeito bactericida nem bacteriostático, possuem efeito apenas no pH, sendo que quando o pH ácido do leite é neutralizado, estimula-se um ambiente favorável a multiplicação microbiana (FAGNANI, 2016).

3.5 AVALIAÇÃO MICROBIOLÓGICA DO LEITE

O conhecimento do conteúdo bacteriano, assim como o tipo de bactéria presente no leite, é indispensável no controle de qualidade do produto, uma vez que pode indicar falhas de refrigeração e métodos não higiênicos durante sua obtenção. A carga bacteriana do leite é um fator importante na industrialização, visto que, a qualidade do produto final depende da população de bactérias presentes (OLIVEIRA, 2009).

A qualidade microbiológica do leite é um assunto muito amplo. Os principais microrganismos responsáveis pela contaminação do leite são bactérias, vírus, fungos e

leveduras. Com relação as bactérias, o leite pode proporcionar o desenvolvimento de psicrotróficas, mesófilas e termófilas. A faixa ótima de crescimento das psicrofilas encontra-se entre 0°C e 15°C; das mesófilas, entre 20°C e 40°C; das termófilas entre, 44°C e 55°C (FONSECA e SANTOS, 2000).

Nos dias de hoje, com o uso intensivo da refrigeração, as bactérias psicrotróficas tendem a ser selecionadas, sendo o gênero *Pseudomonas*, o predominante no leite armazenado a 4°C por mais de 3 dias. Microrganismos psicrotróficos estão amplamente distribuídos na natureza, podendo ser encontrados na água, no solo, nas plantas e nos animais (SILVEIRA et al., 1998).

De acordo com Santos (2010), as bactérias psicrotróficas, são eliminadas pelo tratamento térmico e não representam o principal problema para indústria, porém, as enzimas produzidas pelos psicrotróficos apresentam efeitos deteriorantes. Estas enzimas são muito estáveis ao calor e resistentes ao processo térmico convencional empregado no leite. Alteração de sabor e odor do leite, perda de consistência na formação do coágulo para fabricação de queijo e gelatinização do leite UHT são alguns dos problemas de qualidade de produtos lácteos que pode estar associada à ação de proteases e lípases de origem microbiana. As principais fontes de psicrotróficos do leite durante a sua produção são as superfícies dos tetos e o equipamento de ordenha. Portanto, o emprego de procedimentos higiênicos durante a obtenção do leite é de extrema importância, a fim de evitar condições favoráveis para o surgimento dessas bactérias.

4 ATIVIDADES DESENVOLVIDAS

As atividades de estágio foram desenvolvidas no Laticínio Cooperoeste Terra Viva, situada na BR 163, no município de São Miguel do Oeste - SC. Minha admissão nesta empresa aconteceu em setembro de 2010, como Auxiliar de Produção, sendo que, em março de 2011 passei a exercer a função de Laboratorista Industrial no Laboratório Físico-Químico, área de atuação até o presente momento.

Neste relatório de estágio serão apresentadas as atividades desenvolvidas no laboratório físico-químico desde o recebimento da matéria prima até seu beneficiamento.

4.1.1 Coleta do leite e recepção na indústria

Produzir leite com qualidade torna-se cada vez mais importante. Sendo assim, a higiene do animal, do ordenhador e das instalações são ações necessárias para atingir este objetivo.

Segundo a Instrução Normativa Nº 62, de 29 de dezembro de 2011, após a ordenha, o leite deve ser imediatamente refrigerado entre 2 e 4 ° C em 3 horas, evitando a multiplicação

microbiana e, conseqüentemente, a deterioração. O tempo máximo de conservação do leite na propriedade é de 48 horas. O processo de coleta de leite cru refrigerado a granel consiste em recolher o produto em caminhões com tanques isotérmicos construídos internamente de aço inoxidável, através de mangote flexível e bomba sanitária, acionada pela energia elétrica da propriedade rural, pelo sistema de transmissão do próprio caminhão, diretamente do tanque de refrigeração por expansão direta.

Os transportadores de leite que prestam serviço para a empresa recebem um treinamento sobre higiene, análises preliminares do produto e coleta de amostras, fornecido pelo SENAR – Serviço Nacional de Aprendizagem Rural, com o objetivo de torna-los qualificados, visando oferecer condições para o atendimento de requisitos de mercado e da legislação nacional, especificamente da Instrução Normativa nº 62/ 2011, bem como auxilia-los durante a execução das práticas corretas e necessárias para a coleta e transporte do leite com qualidade, integridade e segurança.

Na chegada do caminhão isotérmico na indústria, o mesmo passa por uma higienização externa (Figura 1), antes de se dirigir para a plataforma de recepção, visando a remoção de sujidades grosseiras. Procede-se em seguida a determinação do volume de leite, através da pesagem do caminhão-tanque antes e depois da descarga (Figura 2).

Figura 1-Lavagem externa do caminhão



Fonte: O autor

Figura 2- Pesagem do caminhão



Fonte: O autor

4.1.2 Coleta do leite na plataforma

Segundo Tronco (2008), o controle da qualidade físico-química e microbiológica do leite que chega à plataforma de recepção na usina de beneficiamento é de extrema importância para a garantia da saúde da população e deve ser adotado como um procedimento de rotina. A coleta do leite no caminhão (Figura 3), é realizada mediante homogeneização manual por, no mínimo, 30 segundos em cada compartimento do caminhão-tanque.

A razão para a necessidade de agitação prévia ocorre porque o leite em repouso tende a acumular a gordura na camada superior a qual se associa com microrganismos e células somáticas, originando resultados equivocados quanto à composição do leite (FAGNANI, 2016).

Mediante agitação, e com o auxílio de um termômetro devidamente calibrado, é feita a verificação da temperatura, sendo registrados em formulários próprios. De acordo com a Instrução Normativa nº 62 de 29/12/2011 – MAPA, a temperatura do leite na recepção deve registrar 10 °C como limite máximo, uma vez que o leite que apresentar qualquer anormalidade ou não estiver refrigerado até a temperatura máxima admitida pela legislação em vigor, não deve ser coletado a granel. Posteriormente a coleta, as amostras são encaminhadas até o laboratório físico-químico, são conduzidos os procedimentos analíticos.

Figura 3- Coleta do leite na plataforma



Fonte: O autor

4.2 DETERMINAÇÕES FÍSICO-QUÍMICAS DO LEITE CRU REFRIGERADO

A seguir serão descritos os procedimentos referentes às determinações físico-químicas obrigatórias pela IN 62/2011 (gordura, extrato seco total e desengordurado, índice crioscópico, acidez titulável e densidade relativa), e também aquelas que a empresa utiliza a fim de aumentar o rigor quanto à qualidade do leite cru refrigerado (Teste do alizarol, teste do álcool, cloretos, sacarose, amido, álcool etílico, agentes alcalinos, peróxido de hidrogênio, formaldeído, cloro e hipocloritos e antibiótico).

4.2.1 Teste do alizarol

Segundo CAP-LAB (2015), o teste do alizarol é realizado na propriedade rural antes do carregamento para transporte a granel do leite cru refrigerado e baseia-se na estimativa da estabilidade térmica do leite em presença de solução alcoólica, cuja graduação empregada é proporcional ao rigor requerido no teste. A alizarina presente na solução atua como indicador de pH, auxiliando na diferenciação entre os motivos da instabilidade. A coagulação ocorre por efeito da elevada acidez ou do desequilíbrio salino, quando se promove desestabilização das micelas pelo álcool.

Nesta análise é possível obter uma prévia avaliação da qualidade do leite cru antes de seu carregamento. Para realização do teste na propriedade, o responsável pela coleta utiliza uma pistola de alizarol (acidímetro de salut), que mistura partes iguais de leite do resfriador e da solução de alizarol.

A pistola é posicionada em posição vertical para coleta do leite (2 a 3 mL), e virada para que ocorra a mistura da solução. É a partir da avaliação dessa mistura que se faz o diagnóstico. Nota-se que o leite ácido tem tendência a um esmaecimento da cor, passando para uma tonalidade entre o marron claro e amarelo.

Na acidez elevada ou no colostro, a coloração é amarela, com coagulação forte. A mistura sem grumos na coloração tijolo pode ser considerada normal (boa resistência). A mistura de coloração violeta a roxa é considerada alcalina (mastítico ou adulterado), como mostra a Figura 4.

Figura 4- Resultado para o teste do alizarol



Fonte: Cap-Lab (2015)

4.2.2 Teste do álcool

Segundo Zanela et al (2006), o teste do álcool é um teste de seleção muito empregado na plataforma de recepção. Consiste em um método rápido utilizado para estimar a estabilidade das proteínas durante o processamento térmico, uma vez que o leite que apresenta baixa qualidade higiênica durante a sua produção, pode apresentar redução de pH pela fermentação da lactose em ácido lático, resultando em maior instabilidade da proteína. Nesta prova, o álcool atua como um desidratante e simula as condições de aquecimento.

A concentração da solução alcoólica utilizada na seleção do leite recebido pela indústria pode variar. Na seleção diária do leite, a legislação recomenda o uso de álcool na concentração mínima de 72%, porém não há limite para a concentração máxima que pode ser utilizada (depende do tratamento térmico a ser aplicado ao leite e a vida de prateleira que se pretende obter do produto a ser elaborado) (BRASIL, 2011).

O procedimento analítico fundamenta-se na mistura de 5 mL de amostra e 5 mL de álcool em placa de petri, mediante homogeneização. O leite considerado apto para o processamento não deve apresentar coagulação no teste do álcool (Figura 5). A formação de grumos, flocos ou coágulos grandes indica leite instável, na maioria das vezes, em função da acidez elevada (Figura 6).

Figura 5- Leite normal

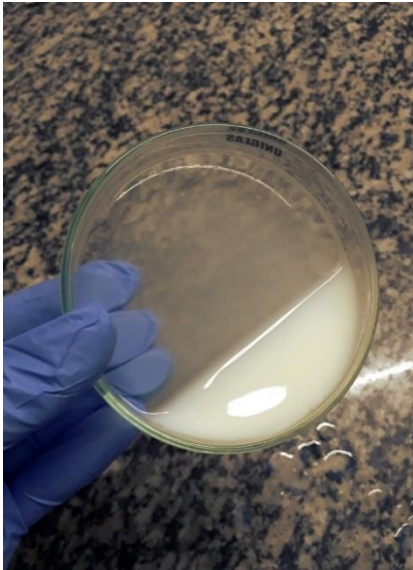


Figura 6- Leite instável ou ácido



Fonte: O autor

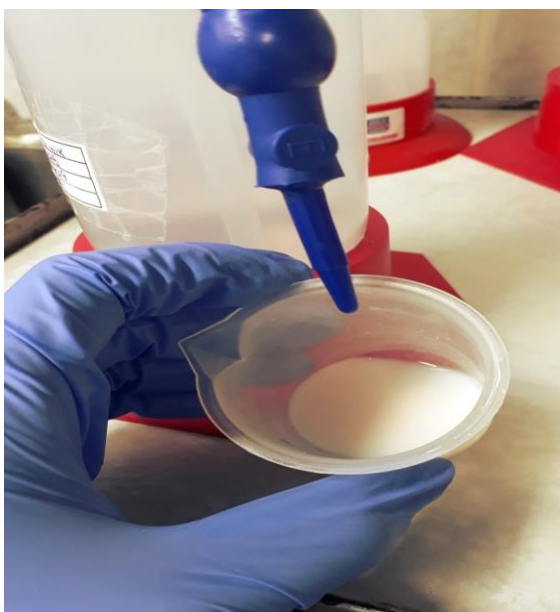
4.2.3 Determinação de acidez titulável – Método Dornic

Consiste na titulação de determinado volume de leite por uma solução alcalina de concentração conhecida, utilizando como indicador a fenolftaleína. O leite possui acidez natural que varia de 14 a 18° (Dornic) e pH de 6,6 a 6,8. Esta acidez natural tem origem nos seus componentes normais como: albumina, citratos, dióxido de carbono, caseínas e fosfatos. Quando a obtenção do leite é realizada sob condições inadequadas de higiene e refrigeração impróprias, ocorre o aumento de ácidos orgânicos, em especial do ácido láctico, produzido por microrganismos fermentadores da lactose, resultando na chamada acidez adquirida, a qual, em conjunto com a acidez natural, forma a acidez real do leite (SANTOS, 2004).

Quando o crescimento excessivo de bactérias compromete a qualidade microbiológica da matéria-prima a acidez apresenta níveis elevados ($> 18^\circ \text{D}$), impedindo a recepção e processamento do leite (CASTRO, 2005).

O procedimento analítico consiste em pipetar 10 mL da amostra em um béquer de 50 mL, e adicionar de 4 a 5 gotas do indicador fenolftaleína 1%, mediante titulação com solução de hidróxido de sódio 0,11 N (solução Dornic), até aparecimento de coloração rósea persistente por aproximadamente 30 segundos (Figura 7).

Figura 7- Análise de acidez



Fonte: O autor

4.2.4 Densidade à 15°C

A densidade é a relação existente entre a massa e o volume de uma substância. No leite, a densidade representa a relação entre a matéria sólida (aproximadamente 13%), sendo representada, majoritariamente, por lipídeos, proteínas, lactose e minerais e 80 % de água (DIAS, ANTES, 2014).

A determinação da densidade (Figura 8), é utilizada como método de detecção de fraudes no leite no que se refere ao desnate ou a adição de água, apesar de não ser um teste conclusivo, pois leites com alto teor de gordura apresentam-se com valores de densidade menor em virtude da baixa densidade das gorduras. O desnate do leite e a adição de amido são alterações que fazem a densidade aumentar (AGNESE et al., 2002).

O procedimento analítico se fundamenta em transferir aproximadamente 500 mL de leite em uma proveta de capacidade correspondente, evitando a incorporação de ar e a formação de espuma. O termolactodensímetro é então introduzido na amostra sem que encoste na parede da proveta. A leitura é realizada observando o menisco na escala e a temperatura indicados no termolactodensímetro, sendo que para verificar o resultado, é utilizada uma tabela com correção de densidade à temperatura de 15 °C. O padrão da densidade do leite cru exigido pela IN 62/2011 é de 1,028 a 1,034 g/L.

Figura 8- Determinação da densidade



Fonte: O autor

4.2.5 Crioscopia

O índice crioscópico se refere a medida do ponto de congelamento do leite, mais comumente utilizado para identificar adulteração do leite por adição de água. Esse tipo de adulteração compromete o valor nutritivo do leite, além de prejudicar a qualidade microbiológica do produto (CAVALCANTI, 2011).

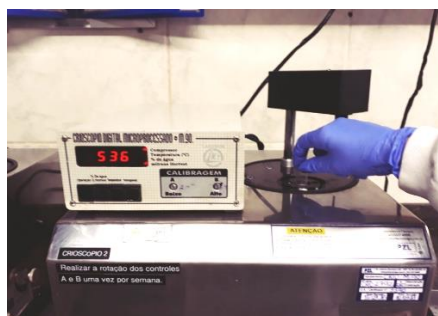
O ponto de congelamento do leite é determinado principalmente pelos elementos solúveis em sua composição, em especial a lactose. A presença de água no leite pode ser percebida pela interpretação dos valores obtidos na crioscopia e na densidade. Quando há a adição de água no leite, sua temperatura de congelamento aumenta, aproximando-se de 0°C (SANTOS, FONSECA 2007).

Para determinação do ponto de congelamento, utiliza-se o crioscópio eletrônico digital (Figura 9). O funcionamento do equipamento fundamenta-se no controle do resfriamento e congelamento da amostra, além de envolver sensores eletrônicos que detectam a temperatura de congelamento da mesma (PZL, 2011).

Segundo Brasil (2011), os valores obtidos pelo crioscópio devem estar entre - 0,530 à - 0,555° H (-0,512 a -0,531° C). Caso estes resultados não forem condizentes com os estabelecidos pela legislação, pode-se ter a adição de água ou outros constituintes, como reconstituintes de densidade e redutores de acidez (GRANATO; NUNES, 2016).

Previamente aos procedimentos analíticos, o equipamento passa por uma calibração realizada diariamente e a cada turno, com soluções de pontos de congelamento conhecidas. De modo geral o volume recomendado de solução de calibração e de amostra é de 2,5 mL da amostra para cada determinação. Após realização da leitura o resultado é visualizado no display do equipamento indicando, também, a porcentagem de água adicionada quando o leite foi fraudado.

Figura 9- Crioscópio eletrônico



Fonte: O autor

4.2.6 Gordura

A gordura é um dos componentes majoritários do leite e seu teor médio no leite cru é em torno de 3,9%, enquanto que a IN 62 estabelece teor mínimo de 3% (BRASIL, 2011). A raça do animal, o período de lactação, e a alimentação são fatores que influenciam no teor de gordura do leite. A porcentagem de gordura do leite intervém diretamente no rendimento dos derivados lácteos, portanto, para a indústria, é muito importante conhecer o teor de gordura no leite que está sendo industrializado (TRONCO, 1997).

A gordura do leite pode ser determinada por diferentes métodos: butirométrico ou Gerber (métodos clássicos), e métodos instrumentais como o Ekomilk.

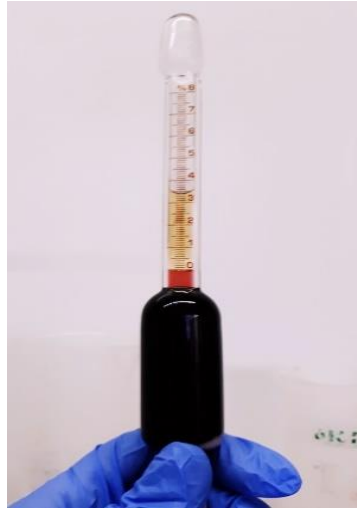
4.2.6.1 Método Gerber

De acordo com a IN 68/2006, o método Gerber (Figura 10), baseia-se no ataque seletivo da matéria orgânica por meio de ácido sulfúrico, com exceção da gordura que será separada por centrifugação, auxiliada pelo álcool isoamílico, que modifica a tensão superficial. Para o procedimento analítico é utilizada uma vidraria chamada butirômetro, no qual primeiramente são adicionados 10 mL de ácido sulfúrico, 11 mL de leite cru e 1 mL de álcool isoamílico.

O butirômetro é então fechado com rolha apropriada, envolvendo-o em um pano e colocando o bulbo maior na palma da mão de forma tal que o dedo polegar exerça pressão sobre

a tampa, impedindo sua projeção. A agitação é feita, de modo a promover a mistura completa dos líquidos no interior da vidraria, tomando precauções para evitar acidentes e mantendo o polegar sobre a tampa. É realizada centrifugação durante 5 minutos de 1000 a 1200 rpm, e, ao final do procedimento, a leitura do teor de gordura é feita na escala do butirômetro.

Figura 10- Determinação de gordura pelo método de Gerber



Fonte: O autor

4.2.6.2 Ekomilk

Segundo Cap-Lab (2015), o ekomilk (Figura 11), é um analisador de leite ultrassônico portátil, para análises precisas e rápidas. Não é um método oficial, porém reduz gastos com materiais químicos e vidrarias, além de proporcionar leituras mais rápidas. O aparelho possui calibração simples e os ajustes de medição são determinados pelo operador, sendo a limpeza automatizada, podendo realizar um maior número de amostras em menor tempo.

Para o procedimento analítico deve-se encher o recipiente medidor com amostra de leite e colocar no aparelho. Pressiona-se a tecla “mode” e por meio dos botões de busca seleciona-se o modo de operação adequado. Durante a análise, o leite é automaticamente levado à câmara de medição e a mensagem “análise” aparece no visor enquanto a medição é iniciada. Terminada a análise o visor indica o resultado. Para a limpeza do equipamento são utilizadas soluções de limpeza diária (ekoday) e semanal (ekoweek).

Figura 11- Ekomilk



Fonte: O autor

4.2.6.3 Extrato Seco Total e Desengordurado

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. Estes parâmetros são muito importantes para a indústria, pois a partir deles é possível prever o rendimento na fabricação de derivados lácteos como queijos e outros. De acordo com a IN 62/2011, em média, o EST no leite encontra-se entre 12% e 13% enquanto que, o ESD deve ser de, no mínimo 8,4% (BRASIL, 2011).

Existem diferentes métodos analíticos que podem ser usados para a determinação do EST, sendo o mais utilizado pela 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:

$$EST = G/5 + D/4 + G + 0,26$$

G = Gordura; D = Densidade.

Para expressão do resultado final, considera-se um teor mínimo de EST de 11,4 %, caso esteja fora do padrão, deve-se realizar investigação de possíveis adulterações (VENTURINI; et al, 2007). O teor de ESD é determinado por meio da diferença do EST, como situado na equação:

$$\text{ESD} = (\text{EST}) - (\text{GOR})$$

ESD = Extrato Seco Desengordurado; EST = Extrato Seco Total; GOR = Percentual de Gordura.

4.2.7 Teste de Peroxidase e fosfatase

A fosfatase alcalina e a peroxidase são enzimas naturalmente presentes no leite cru e que, após a pasteurização, servem de indicadores para assegurar que o processo foi realizado adequadamente. Após o tratamento térmico, a fosfatase deve ser inativada e a peroxidase permanecer ativa (BRASIL, 2011).

No teste para detecção de fosfatase alcalina (Figura 12), a verificação da atividade enzimática é feita mediante a adição à amostra do substrato específico da enzima em condições ideais para sua atuação. A presença do indicador permite identificar a atividade enzimática pela reação colorimétrica com os produtos de degradação. O teste de fosfatase alcalina é realizado utilizando as tiras colorimétricas. A presença da enzima é indicada pela coloração amarela na área sensibilizada da tira 10 segundos após sua imersão na amostra.

Para a detecção da peroxidase, o teste recomendado baseia-se na reação na qual a peroxidase ao hidrolisar o peróxido de hidrogênio, libera oxigênio, o qual transformará o guaiacol da sua leucobase para a forma corada (BRASIL, 2006). Para a realização da prova de peroxidase (Figura 13), deve-se transferir 10 mL da amostra para um tubo de ensaio, aquecer em banho-maria a 45 ° C por 5 minutos para ativação da enzima. Acrescentar 2 mL da solução hidroalcoólica de guaiacol a 1 % ao tubo de ensaio e adição de 3 gotas da solução de peróxido de hidrogênio a 3 %. Resultado Positivo: desenvolvimento de um alo de coloração salmão. Negativo: Inalterado.

Figura 12- Teste de fosfatase alcalina



Fonte: Cap-Lab (2013)

Figura 13- Teste de peroxidase



Fonte: O autor

4.3 Pesquisa de Reconstituintes de Densidade

4.3.1. Cloretos

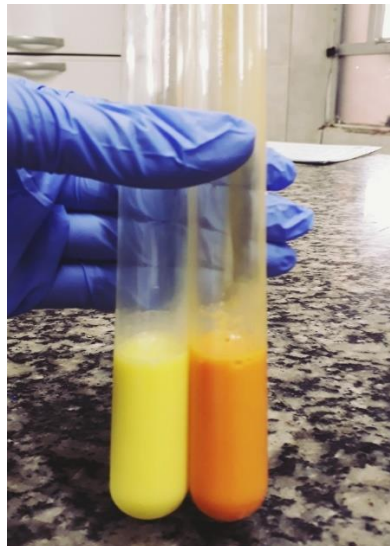
A determinação qualitativa de cloretos no leite (Figura 14), baseia-se na ação do nitrato de prata na presença do indicador cromato de potássio. Um resultado positivo não significa necessariamente fraude por adição de cloretos à amostra, mas indica que a concentração de cloretos na amostra é superior a quantidade normalmente encontrada em animais sadios (0,08 a 0,1%). Quando o teor de cloretos é normal, a quantidade de nitrato de prata adicionada é excessiva, reagindo, então, com o cromato de potássio para a obtenção da cor amarelo tijolo. Se o teor de cloretos é elevado, haverá maior consumo de nitrato de prata, diminuindo a intensidade da coloração escura (TRONCO, 2008).

Esta análise é recomendada pela legislação brasileira para a pesquisa de reconstituintes de densidade (BRASIL, 2006). No entanto, o leite que apresenta elevada contagem de células

somáticas (CCS) também apresenta teores de cloretos acima do normal, o que pode causar um resultado falso-positivo, levando a supor que o leite foi fraudado com a adição de cloreto de sódio (ZAFALON et al., 2005).

O procedimento analítico se fundamenta na adição de 10 mL de amostra em um tubo de ensaio, 0,5 mL de cromato de potássio 5% e 4,5 mL de nitrato de prata 0,1 N. O resultado é obtido a partir da coloração produzida, sendo considerado positivo quando a coloração produzida é amarela intensa indicando a presença de sais em excesso no leite. O resultado negativo indica coloração amarelo tijolo, indicando a presença de cloretos dentro da normalidade.

Figura 14- Resultado para análise de cloretos



Fonte: O autor

4.3.2 Açúcares / Sacarose

A presença de sacarose pode ser estimada através da hidrólise ácida provida pelo ácido clorídrico, a qual ocasiona a liberação de um radical aldeído, que com a presença de um fenol (resorcina) possibilita a alteração de cor, originando compostos de coloração rósea (TRONCO, 2010).

A metodologia para realização da análise se resume na adição de 10 mL de leite para um tubo de ensaio, com adição de 1 mL de ácido clorídrico PA e 0,1 g de resorcina. Após agitação coloca-se em banho-maria fervente por 5 minutos. Na presença de sacarose observa-se uma coloração rósea imediata. Devido à dificuldade de se pesar 0,1g, a resorcina é comumente utilizada em solução 10%, sendo adicionado 1 mL da mesma.

4.3.3 Amido

O método consiste em determinar a presença ou ausência de amido através da reação do lugol com a amilose, ou seja, o aquecimento favorece a abertura da cadeia amídica, e com isso tem-se a adsorção do iodo, que após o resfriamento proporciona coloração característica (TRONCO, 2010).

Para realização da análise adiciona-se em um tubo de ensaio 10 mL de leite fluído, promovendo aquecimento até ebulição em banho-maria por 5 minutos. Após resfriamento em água corrente, adiciona-se a amostra resfriada 2 gotas de solução de lugol e observa-se a coloração produzida.

O resultado positivo indica a presença de coloração azul, ou seja, a coloração da reação do amido com iodo, indicando a presença desse no leite. A análise é considerada negativa quando não há alteração de cor, indicando a ausência da adição de amido ao leite, como mostra a Figura 15.

Figura 15- Resultado para análise de amido



Fonte: O autor

4.3.4 Álcool Etílico

A adição de álcool em leite é uma ação fraudulenta utilizada para fins de reconstituição de densidade do leite, bem como para normalizar a crioscopia do leite aguado. Na presença de álcool etílico em meio ácido ocorre a redução do cromo+6 a cromo+3, modificando a coloração da solução sulfocrômica (FANGMEIER, 2016)

A análise de álcool etílico (Figura 16), consiste na adição de 100 mL da amostra para um kitazato com adição de 10 mL de antiespumante. Transfere-se para um tubo de ensaio 2 mL da solução sulfocrômica, nessa solução mergulha-se a extremidade da pipeta acoplada ao kitazato por um tubo de silicone ou látex, de modo a formar um sistema fechado. A amostra

contida no kitazato é aquecida, mantendo em fervura por 5 minutos. O resultado negativo produz coloração da solução sulfocrômica inalterada ou levemente marrom. O resultado positivo demonstra coloração da solução sulfocrômica verde.

Figura 16- Análise de álcool etílico



Fonte: O autor

4.4 Pesquisa de Neutralizantes de Acidez

4.4.1. Determinação de agentes alcalinos (Método com Ácido Rosólico)

A adição do etanol absoluto no leite, ocasiona a extração do bicarbonato de sódio/soda da amostra, e o ácido rosólico atua como indicador favorecendo a alteração de cor devido sua faixa de viragem estabelecer-se dentre um pH de 6,8 e 8,0 (GRANTO; NUNES, 2016). A adição intencional de soluções alcalinas no leite têm por finalidade aumentar a conservação ou diminuir a acidez. Contudo, a presença dessas substâncias também pode estar relacionada com falhas da higienização e da sanitização que utilizam soluções alcalinas na limpeza de equipamentos, utensílios ou mesmo da própria estrutura física para remoção de gordura e proteína do leite (OLIVEIRA, 2012).

Para realização da análise de agentes alcalinos (Figura 17), adiciona-se em um tubo de ensaio 5 mL de leite e 10 mL de álcool etílico neutralizado. Adiciona-se 2 gotas de solução de ácido rosólico a 2 %, mediante agitação. Verifica-se a coloração, considerando o teste negativo, para coloração alaranjada e positivo para vermelha ou rósea.

Figura 17-Resultado para a análise de alcalinos



Fonte: O autor

4.5 Pesquisa de Conservantes

4.5.1. Peróxido de Hidrogênio - Método B: Guaiacol

A adição fraudulenta de peróxido de hidrogênio consiste em prevenir a proliferação de microrganismos naturalmente presentes no leite. A detecção de peróxido de hidrogênio no leite (Figura 18), se dá pela formação de coloração salmão em presença de guaiacol. A enzima peroxidase (natural do leite) degrada o peróxido de hidrogênio, oxidando o indicador a tetraguaiacol, responsável pela coloração característica. Para melhorar o desempenho do teste, adiciona-se leite cru, que apresenta uma maior quantidade da enzima peroxidase em virtude de não ter sofrido nenhum tratamento térmico. Essa fraude é de difícil detecção, pois, após agir no leite, o peróxido de hidrogênio se transforma em água e sua reação ocorre de forma rápida (TRONCO, 2010).

O procedimento analítico consiste em transferir 10 mL da amostra para um tubo de ensaio e aquecer em banho-maria até 35 ° C, posteriormente adiciona-se 2 mL da solução hidroalcoólica de guaiacol a 1 % e 2 mL de leite cru mediante homogeneização. O resultado positivo indica o surgimento de coloração salmão. O resultado negativo permanece sem mudança de cor.

Figura 18 Resultado para análise de peróxido de hidrogênio



Fonte: O autor

4.5.2. Formaldeído: método por destilação

A análise de formaldeído (Figura 19), possibilita determinar a presença do conservante formol. Através do aquecimento da amostra tem-se a reação do ácido sulfúrico com o ácido cromotrópico. O formol que sob aquecimento, proporciona a formação de um condensado p-quinoidal (substância de coloração violeta, que confirma a presença de formol no leite) (BRASIL, 2006). Devido a sua solubilidade em água, o formaldeído é rapidamente absorvido no trato respiratório e gastrointestinal, sendo considerado tóxico se inalado e, carcinogênico se ingerido. Os tipos de câncer associados à exposição crônica ao formaldeído são os de nasofaringe, nasossinusal e leucemia (INCA, 2016). A análise de formaldeído é identificada como PCC 1 (Ponto crítico de controle) do processo.

A identificação dos pontos críticos de controle (PCC), permite avaliar e controlar os perigos químicos, físicos e microbiológicos de contaminação dos alimentos. Este sistema de gestão auxilia identificar, em qual etapa da produção, a maneira pela qual os patógenos chegam até o alimento, o que possibilita a redução das doenças de origem alimentar (BRASIL, 1993).

Para o procedimento analítico deve-se medir 100 mL de leite homogeneizado e passar para balão de destilação juntamente com 100 mL de água destilada. Acidifica-se com 2 mL de ácido fosfórico P.A, e destila-se lentamente recolhendo cerca de 50 mL do destilado. Em tubo de ensaio adiciona-se 5 mL de solução de ácido cromotrópico a 0,5 % e 1 mL do destilado. Coloca-se em banho-maria durante 15 minutos. O resultado positivo resulta na formação de um halo com coloração violácea, e o negativo não se percebe a formação do halo.

Figura 19- Análise de formaldeído: Método por Destilação



Fonte: Cap Lab (2015)

4.5.3. Cloro e Hipoclorito

De acordo com a IN 68/ 2006, o cloro e hipoclorito são substâncias sanitizantes residuais que promovem uma coloração amarela na presença do iodeto de potássio, pela ação do cloro livre ou hipoclorito (BRASIL, 2006).

A análise de cloro e hipoclorito (Figura 20), é realizada adicionando-se 5 mL de leite para um tubo de ensaio, 0,5 mL de solução de iodeto de potássio a 7,5 %. Na presença de cloro livre aparecerá coloração amarela (se necessário, confirmar pela adição de 1 mL de solução de amido a 1 %, que desenvolverá coloração azul violeta). Se não houver mudança de coloração, pesquisa-se a presença de hipocloritos adicionando ao mesmo tubo 4 mL de solução de ácido acético ou ácido clorídrico e coloca-se em banho-maria a 80 ° C por 10 minutos. Esfria-se em água corrente. O aparecimento de coloração amarela indica a presença de hipocloritos. Caso seja necessário deve-se realizar a confirmação através da adição de solução de amido a 1 %, que desenvolverá coloração azul ou violeta).

Figura 20- Resultado para análise de cloro e hipoclorito



Fonte: O autor

4.6 Presença de Antibióticos

A aplicação de antibióticos têm sido bastante realizada nas fazendas e até em muitos casos, de maneira indiscriminada, seja para fins terapêuticos, essencialmente visando proporcionar a cura de mamites, ou ainda incorporados à alimentação animal como suplemento dietético. Tais procedimentos conduzem à presença de resíduos de antibióticos, representando um risco ao consumidor e sendo portanto um sério problema na área econômica e de saúde pública (MINIUSSI, 1992).

De acordo com Santos (2000), a ocorrência de resíduos de antibióticos no leite tem se tornado uma grande preocupação para consumidores, indústria e produtores. As consequências verificadas pelos resíduos de antibióticos foram inicialmente identificados pela indústria de laticínios, uma vez que foi percebido que os fermentos (culturas lácteas) usados na fabricação de derivados, como iogurtes e queijos, não se desenvolviam bem em leite com resíduos de antibióticos.

Segundo Costa (1996) e Albuquerque et al. (1996), a presença desses resíduos no leite pode ocasionar uma série de problemas visto que, representa risco para a saúde humana, seja exercendo pressão seletiva sobre a microbiota, favorecendo o crescimento de microrganismos com resistência natural ou adquirida, ou dando lugar, direta ou indiretamente, para o aparecimento de resistência em bactérias enteropatogênicas. Antibióticos do grupo dos beta-lactâmicos, principalmente a penicilina, são os mais utilizados no tratamento da mastite, sendo, portanto os mais detectados no leite. A análise de antibiótico é identificada como PCC 2 (Ponto crítico de controle) e é realizada com a utilização de dois testes. O Proqui- Test R, é aplicado diariamente no leite de cada tanque do caminhão, já o Eclipse 50 é aplicado semanalmente por se tratar de um procedimento demorado.

4.6.1 Proqui-Test R

O Proqui-Test R (Figura 21), é um teste rápido baseado na reação antígeno-anticorpo-receptor para detecção de antibiótico em leite. A análise qualitativa permite identificar os níveis tanto de β -Lactâmicos como de Tetraciclina e pode ser aplicado tanto em leite de vaca, ovelha e cabra. O teste pode ser elaborado com o leite a temperatura ambiente ou refrigerada, sendo que o resultado do teste está disponível em apenas 5 minutos. Uma caixa de Proqui-Test R permite realizar 96 testes de antibióticos (SERVALE, 2017).

Figura 21- Teste rápido Proqui-Test R



Fonte: Servale (2017)

Para realizar a análise deve-se preparar uma amostra de leite em temperatura ambiente ou refrigerada, abrir o tubo que contém os microtubos e retirar o número necessário de acordo com a quantidade de análises. Com o auxílio de uma pipeta adicionar 200 μ L da amostra de leite no microtubo, usando a pipeta e dissolver o reativo até que o leite apresente uma cor rosa homogêneo. Por fim deve-se introduzir a tira reativa no microtubo e ler o resultado após 5 minutos. A interpretação do resultado está representada na Figura 22.

Figura 22- Interpretação do resultado do teste

NEGATIVO	β -LACTÂMICOS POSITIVO	TETRACICLINAS POSITIVO	β -LACTÂMICOS + TETRACICLINAS POSITIVO

Fonte: Servale (2017)

4.6.2 Teste Eclipse 50

De acordo com CAP-LAB (2013), o eclipse 50 (Figura 23), é um teste qualitativo de detecção de substâncias inibidoras no leite. É um método simples que permite comprovar se o leite contém antibióticos em uma concentração acima dos limites máximos de resíduos (LMR).

Eclipse 50 é um teste baseado na inibição do crescimento microbiano. O kit se apresenta em um formato de placa microtiter, cujos recipientes contém um meio de cultivo específico com esporos de *Geobacillus stearothermophilus* e um indicador ácido-base. Durante a incubação da placa a 65°C, os esporos germinam e se multiplicam acidificando o meio e provocando a modificação do indicador de uma cor azul a amarelo esverdeado. Se a amostra de leite contém uma concentração de antibiótico superior ao limite de detecção do teste, o crescimento do microrganismo é inibido de modo que não haverá produção de ácido, nem por consequência modificação da cor do meio (CAP-LAB, 2013).

Figura 23- Eclipse 50



Fonte: CAP-LAB (2013)

O procedimento consiste em aplicar 50 µL da amostra de leite em cada recipiente com a utilização de uma micropipeta automática. Veda-se cuidadosamente a placa com uma lâmina adesiva e incuba-se em banho térmico tipo seco à 65 ° C por cerca de 2h e 30 min à 3h. Os tubos que apresentarem coloração amarela esverdeada são considerados negativos, e os de cor roxo, positivos (Figura 24).

Figura 24- Interpretação do resultado do teste



Fonte: CAP-LAB (2013)

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

As análises físico-químicas, realizadas no recebimento do leite na indústria beneficiadora, têm a finalidade de determinar, quantificar ou qualificar os componentes específicos da matéria prima, bem como determinar a inocuidade, identidade e qualidade do produto final, garantindo a segurança e satisfação dos consumidores.

A realização do estágio na Cooperoeste Terra Viva contribuiu de forma significativa, pois oportunizou a complementação da formação acadêmica, bem como auxiliou na aquisição de novos conhecimentos além dos quais já obtive durante as atividades aplicadas em aula e dentro do cenário industrial.

O estágio curricular possibilitou ainda aproximar o aprendizado teórico do conhecimento prático, assim como permitiu um maior entendimento sobre os princípios que se fundamentam as análises, contribuindo ainda mais para o crescimento pessoal e profissional dentro da indústria. De acordo com os resultados obtidos, verificou-se que as análises físico-químicas do leite estão de acordo com a IN 62/MAPA, no que se refere à acidez, densidade, índice crioscópico, gordura, EST e ESD e análises de fraude. Além disso, a política adotada pelo laticínio visa estabelecer parâmetros mínimos de qualidade que são verificados pelo laboratório, estando os padrões da empresa dentro das especificações exigidas pela legislação vigente.

REFERÊNCIAS

- AGNESE, A. P.; NASCIMENTO, A. M. D. do; VEIGA, F. H. A.; PEREIRA, B. M.; OLIVEIRA, V. M. de. **Avaliação físico-química do leite cru comercializado informalmente no Município de Seropédica – RJ**. Revista Higiene Alimentar, v.16, n. 94. p. 58-61, 2002
- ALBUQUERQUE, L.M.B., MELO, V.M.M., MARTINS, S.C.S. **Investigações sobre a presença de resíduos de antibióticos em leite comercializado em Fortaleza-CE-Brasil**. Higiene Alimentar, São Paulo, v.10, n.41, p.29-32, 1996.
- BEHMER MLA. **Tecnologia do leite: leite, queijo, manteiga, caseína, iogurte, sorvetes e instalações: produção, industrialização, análise**. 15 a ed. São Paulo (SP): Nobel; 1987.
- BETIOLI, A.B. **Introdução ao Direito**. São Paulo: Saraiva, 2013.
- BRASIL, Ministério da Agricultura Abastecimento e Pecuária. **Instrução normativa nº 62**. Brasília - D.F: 24 p. 2011.
- BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. **Regulamento da Inspeção Industrial e Sanitária dos Produtos de Origem Animal-RIISPOA**. Diário Oficial da República Federativa do Brasil, Brasília, 2010.
- BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Secretaria da Defesa Agropecuária. Laboratório Nacional de Referência Animal. **Instrução Normativa 68 de 12/12/2006**. Métodos Analíticos Oficiais Físico-Químicos para controle de Leite e Produtos Lácteos.
- BRASIL. **Decreto 9.013 de 19/03/2017**: Regulamento de Inspeção Industrial de Produtos de Origem Animal (RIISPOA). Brasília, 2017.
- BRASIL. Ministério da Saúde. **Portaria n. 1428, de 26 de novembro de 1993**. Dispõe sobre o controle de qualidade na área de alimentos. Diário Oficial da União, Brasília, DF, p. 18415-9, 2 dez. 1993. Seção I.
- BRITO, M. A. V. P.; BRITO, J. R. F. **Qualidade do leite**. Capítulo 3. 2009.
- CAP-LAB. **Ekomilk**. 2015. Disponível em:
http://www.caplab.com.br/catalogoDetalhes.asp?cod=50#.Wp_xPWrbwDc.
Acesso em: 29. set. 2018.
- CAP-LAB. **Eclipse 50**. 2013. Disponível em:< <http://www.cap-lab.com.br/catalogoDetalhes.asp?cod=50#.W-Sz7tVKjIW>>. Acesso em: 08.nov.2018.
- CAVALCANTI VR. **Avaliação físico-química e microbiológica de leite cru recebido em tanques comunitários** [dissertação de mestrado]. João Pessoa (PB): Universidade Federal da Paraíba; 2011.

CASTRO, P. S. **Tecnologia de Leite e Derivados**. Universidade Católica de Goiás. Departamento de Matemática e Física. Curso de Engenharia de Alimentos. Apostila de Aulas Práticas–MAP 3340. Fevereiro de 2005.

COSTA, E.O. ALBUQUERQUE. **Resíduos de antibióticos no leite: um risco à saúde do consumidor**. Higiene Alimentar, São Paulo, v.10, n.44, p.15-17, 1996.

DIAS, Juliana Alves; ANTES, Fabiane Goldschmidt. Qualidade Físico-química, Higiênico-sanitária e Composicional do Leite Cru. **Indicadores e aplicações práticas da Instrução Normativa 62**. ed. 1. Porto Velho – RO: Embrapa Rondônia, 2014.

DRECHSLER, C. I. **Análises de controle de qualidade no recebimento do leite na indústria de laticínios Lac Lelo**. 2013. 64 f. TCC (Graduação) - Curso de Tecnologia em Alimentos, FAI - Faculdade de Itapiranga, Itapiranga, 2013.

DURR, J.W. Programa nacional de melhoria da qualidade do leite: uma oportunidade única. In: **O compromisso com a qualidade do leite no Brasil**. Passo Fundo: UPF, 2004. p.38-53.

DURR, J.W.; FONTANELLI, R.S.; BURCHARD, J.F. **Fatores que afetam a composição do leite**. In: KOCHANN, R.A.; TOMM, G.O.; FONTANELLI, R.S. Sistemas de produção de leite baseado em pastagens sob plantio direto. Passo Fundo: Embrapa, 2000, 135-156.

FAGNANI, Rafael. **Principais fraudes em leite**. Milkpoint.2016. Disponível em: < <https://www.milkpoint.com.br/colunas/rafael-fagnani/principais-fraudes-em-leite-100551n.aspx>> Acesso em: 12 set. 2018.

FANGMEIER, Michele. **Análise de álcool em leite: metodologia e reações**. Milkpoint, 2016. Disponível em:< <https://www.milkpoint.com.br/artigos/industria/analise-de-alcool-em-leite-metodologia-e-reacoes-103135n.aspx>>. Acesso em 15. Nov. 2018.

FAOSTAT. **Food and Agriculture Organization of the United Nations**. Disponível em: < [http:// faostat3.org.br](http://faostat3.org.br)>. Acesso em: 01. Nov. 2018.

FONSECA, L.F.L.; SANTOS, M.V. Qualidade microbiológica do leite. In: **Qualidade do Leite e Controle de Mastite**. São Paulo: Lemos Editorial, 2000, p. 151-161.

GONZÁLEZ, F. H. D. et al. **Uso do leite para monitorar a nutrição e o metabolismo de vacas leiteiras**. Porto Alegre: Gráfica, 77p, 2001.

GONZÁLEZ, F.H.D.; NORO, G. **Variações na composição do leite no subtropico brasileiro**. In: GONZÁLEZ, F.H.D.; PINTO, A.T.; ZANELLA, M.B.; FISCHER, V.; BONDAN, C. **Qualidade do leite bovino: variações no trópico e no subtropico**, Passo Fundo: UPF Editora, 2011, cap.2, p.28-53.

GRANATO, Daniel; NUNES, Domingos Sávio. **Análises Químicas, Propriedades Funcionais e Controle de Qualidade de Alimentos e Bebidas: Uma Abordagem Teórico-Prática**. ed 1. Rio de Janeiro: Elsevier, 2016.

HADJIPANAYIOTOU, M. **Composition of ewe, goat and cow milk and colostrums of ewes and goats**. Small Ruminant Research, Little Rock, v. 18, p. 255-262, 1995.

INCA, **Instituto Nacional de Câncer**. Disponível em: http://www.inca.gov.br/conteudo_view.asp?ID=795. Acesso: 26 de outubro de 2018.

KOBLITZ, M.G.B. **Matérias primas alimentícias: composição e controle de qualidade**. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 2011.

MARQUES, L.T. **Ocorrência do leite instável não ácido (LINA) e seu efeito sobre a composição química e aspectos físicos**. 2004

MINIUSSI, J.T. **Resíduos de medicamentos veterinários em alimentos de origem animal**. In: CHARLES, T.P., FURLONG, J. (Ed.). Doenças dos bovinos de leite adultos. Coronel Pacheco: EMBRAPA-CNPGL, 1992. p.169-174.

MONARDES, H. Programa de Pagamento de Leite por Qualidade em Quebec, Canadá, **I SIMPÓSIO INTERNACIONAL SOBRE QUALIDADE DO LEITE**, Anais... Curitiba, Pr, 08 a 11 de novembro de 1998, p. 40 - 43, 1998.

NERO L.A, Mattos MR, Beloti V, Barros MAF, Pinto JPA. **Leite e cru de quatro regiões leiteiras brasileiras: perspectivas de atendimento dos requisitos microbiológicos estabelecidos pela Instrução Normativa 51**. Ciênc Tecnol Aliment. 2005; 25(1): 191–5.

OLIVEIRA, Maricê Nogueira de (Ed.). **Tecnologia de produtos lácteos funcionais**. São Paulo: Atheneu, 2009.

OLIVEIRA ENA, SANTOS DC. **Avaliação da qualidade físico-química de leites pasteurizados**. Rev Inst Adolfo Lutz.2012;71(1):193-7.

PANCOTTO, A. P. **Análise das características físico-químicas e microbiológicas do leite produzido no Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Sul – Campus Bento Gonçalves**. 2011. 34 f. TCC (Trabalho de Conclusão em Tecnologia em Alimentos) - Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Sul, Bento Gonçalves, 2011.

PARK, C.S.; JACOBSON, N.L. **Glândula mamária e lactação**. In: SWENSON, M.J.; REECE, W.; DUKES, O. **Fisiologia dos Animais Domésticos**. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 1996. Cap. 37, p. 645-658.

PEREIRA, D. B. C.; SILVA, P. H. F.da.; COSTA JÚNIOR, L. C. G.; OLIVEIRA, L. L. de. **Físico-química do leite e derivados: métodos analíticos**. 2. ed. Juiz de Fora: EPAMIG, 2001. 234 p.

PLZ. Crioscópio PLZ – 900. **Manual de Operação**. Londrina – PR, 2011.

RODRIGUES, P. H. M.; 1º Curso Online Sobre Qualidade do Leite: **Fatores não microbiológicos afetando acidez do leite e outras características**. Milk Point. Instituto Fernando Costa, 2011. Disponível em: <http://www.agripoint.com.br/curso/qualidade-leite/>. Acesso em: 28/07/2018.

L. G. RODRIGUES; E. de CARLI; A. D. de OLIVEIRA; M. SOBCZAK. **Bacia Leiteira do Extremo Oeste de Santa Catarina: Estudo do Rebanho, Manejo e Gestão visando a Qualidade do Leite em Unidades Produtoras**. Universidade do Oeste de Santa Catarina (UNOESC), v.1, n.1. 2015.

ROSA. M. S. Et al. **Boas Práticas de manejo - Ordenha**. Jaboticabal: Funep, 44 p. 2009.

SANTOS MV, FONSECA LFL. **Estratégia para controle de mastite e melhoria da qualidade do leite**. 2 a ed. Barueri (SP): Manole; 2007.

SANTOS, Veiga, Felipe. **Resíduos de antibióticos no leite. Por que evita-los? Milkpoint**, 2000. Disponível em: < <https://www.milkpoint.com.br/colunas/marco-veiga-dos-santos/residuos-de-antibioticos-no-leite-por-que-evitalos-16163n.aspx>>. Acesso em: 30 out.2018

SANTOS, Veiga, Marcos. **Ocorrência de bactérias psicotróficas em leite cru refrigerado. Milkpoint**, 2010. Disponível em: < <https://www.milkpoint.com.br/colunas/marco-veiga-dos-santos/ocorrencia-de-bacterias-psicotropicas-em-leite-cru-refrigerado-63875n.aspx>> Acesso em: 15 nov. 2018.

SANTOS, M.V.; FONSECA, L.F.L. **Composição e propriedades físico-químicas do leite. Agripoint**, 2004. Disponível em:<[http://www.agripoint.com.br/curso/qualidade leite](http://www.agripoint.com.br/curso/qualidade%20leite)>. Acesso em: 09 Setembro/ 2018.

SCHIMDT, G.H. **Biología de la lactación**. Cornell University. Editora Acribia, Zaragoza, 1974, 307p.

SERVALE ALIMENTOS. 2017. **Proqui Test R**. Disponível em < <https://www.servalealimentos.com.br/produto/proqui-test-r>>. Acesso em: 07 nov. 2018.

SHARMA, K. PARADAKAR, M. **The melamine adulteration scandal**. Food Security, v. 2, p. 97-107, 2010.

SILVEIRA, I.A.; CARVALHO, E.P.; TEIXEIRA, D. **Influência de Microrganismos Psicotróficos sobre a Qualidade do Leite Refrigerado: Uma Revisão. Higiene Alimentar**, São Paulo, v.12, n.55, p.21-27, 1998

SOUZA, A.C.K.O.; OSÓRIO, M.T.M.; OSÓRIO, J.C.S. et al. **Produção, composição química e características físicas do leite de ovinos da raça corriedale**. Revista Brasileira de Agrociência, Pelotas, v.11, n. 1, p.73-77, 2005.

TRONCO, V. M. **Manual para Inspeção da qualidade do leite**. 3.ed. Santa Maria: Editora UFSM, 2008.

TRONCO, V. M. **Manual para inspeção da qualidade do leite**. 4. ed. Santa Maria: UFSM, 1997. 206p.

TRONCO, Vania Maria. **Manual para Inspeção de Qualidade do Leite**. ed 4. Santa Maria – RS: Ed. UFSM, 2010.

VENTURINI, Katiani Silva; SARCINELLI, Maryelle Freire; SILVA, Luíz César da. **Características do Leite**. UFES, 2007.

VIOTTO, W. H.; CUNHA, C. R. **Teor de sólidos do leite e rendimento industrial**. In: ALBENONES, J. M.; DÜRR, J. W.; COELHO, K. O. (Ed.). *Perspectivas e avanços da qualidade do leite no Brasil*. Goiânia: Talento, 2006. p. 241-258.

WANDERLEY, Carolina Hood; Silva, Adriana Cristina de Oliveira; Silva, Flávia Emily Rodrigues da; Mársico, Eliane Teixeira; Junior, Carlos Adam Conte; **Avaliação da Sensibilidade de Métodos Analíticos Para Verificar Fraude em Leite Fluido** Rev. de Ci. da Vida, RJ, EDUR, v. 32, n 2, jul / dez, p. 34-42, 2012.

WARREN, L. **The thiobarbituric acid assay of sialic acid**. J. Biol. Chem., 234:1971, 1959.

ZAFALON L. F.; Nader Filho A.; OLIVEIRA J. V.; RESENDE F. D. **Comportamento da condutividade elétrica e do conteúdo de cloretos como métodos auxiliares de diagnóstico da mastite subclínica bovina**. Pesquisa Veterinária Brasileira. Rio de Janeiro, v.25, n.3, p.150- 163, 2005.

ZANELA, M. B.; MARQUES, T. M.; FISCHER, V.; RIBEIRO, M. E. R.; STUMPF JUNIOR, W. **Indução e reversão do leite instável não ácido (LINA)**. In: CONGRESSO PAN-AMERICANO DO LEITE, 9., 2006, Porto Alegre. Anais... Juiz de Fora: Embrapa Gado de Leite, 2006. p. 439-442.