

ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS REALIZADAS NO LABORATÓRIO DE UM LATICÍNIO DO MUNICÍPIO DE JARU PARA DETERMINAÇÃO DA QUALIDADE DO LEITE CRU REFRIGERADO.

BONFIM, Douglas Pedro¹
FILHO, Wanderley Rocha Meira²

RESUMO

Esta pesquisa teve como objetivo a identificação através das principais análises físico-químicas possíveis fraudes na composição do leite na região de Jaru-Ro. Foram coletadas amostras no decorrer de seis meses para determinação da qualidade do leite. As amostras foram submetidas às análises físico-químicas observando o índice crioscópico, pH, acidez, densidade, teor de gordura, extrato seco desengordurado, extrato seco total, teste de álcool à 77%, teste de alizarol, e testes para detecção de substâncias conservadoras e reconstitutivas. Os resultados foram obtidos por via de análises de variância (SISVAR 5.6) e comparativas de média utilizando o teste de Tukey a 5% de probabilidade. Observou-se ao longo da pesquisa que houve variações nos constituintes do leite, mas notadamente nos teores de gordura, densidade, pH e crioscopia, tendo em vista que ao longo da pesquisa todas as amostras analisadas estavam de acordo com as normas estabelecidas no Art. 248 do RIISPOA - Regulamento de Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal.

Palavras-chave: Determinação de qualidade; Análises físico-químicas; Análises comparativas; Teste de Tukey.

ABSTRACT

The objective of this research was to identify possible fraudulent cheeses in the Jaru-Ro region through the main physical-chemical analyzes. Samples were collected over the course of six months to determine milk quality. The samples were submitted to physical-chemical analysis, observing the cryoscopic index, pH, acidity, density, fat content, dry extract, dry extract, 77% alcohol test, alizarol test, and tests for the detection of conservative substances and reconstitutive. The results were obtained through comparative analysis using the Tukey test at 5% probability. It was observed throughout the research that there were variations in the milk constituents, but

¹ Acadêmico do 8º Período de Ciências Biológicas na Faculdade de Educação Jaru – FIMCA-UNICENTRO. E-mail: douglaspedro242@gmail.com

² Professor Orientador. Graduado em Engenharia agrônoma pela Ulbra – Universidade Luterana do Brasil. Pós-Graduado em Metodologia e Didática do ensino superior pela UNICENTRO – Faculdade de Educação de Jaru. Pós-Graduado em Gestão do Agronegócio pela UNOPAR. Pós-Graduando em: Higiene, Inspeção e Tecnologia de Produtos de Origem Animal – Faculdade de Tecnologia de Curitiba – FATEC-PR. Mestrando em Ciências da Educação pela UMESAM. Professor da Faculdade de Educação de Jaru FIMCA-UNICENTRO . E-mail: wanderley_meira@hotmail.com

especially in the fat, density, pH and cryoscopy contents, considering that throughout the research all the samples analyzed were in accordance with the norms established in Art. 248 of RIISPOA - Regulation of Industrial and Sanitary Inspection of Products of Animal Origin.

Keywords: Determination of quality; Physicochemical analysis; Comparative analyzes; Tukey test.

1 INTRODUÇÃO

Conforme o Regulamento de Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal (RIISPOA) do Ministério da Agricultura e Pecuária de Abastecimento, o leite é o produto oriundo da ordenha completa e ininterrupta, em condições de higiene, de vacas sadias, bem alimentadas e descansadas (BRASIL, 2017).

O leite é imprescindível na alimentação humana, por conter um grande valor nutricional e por ser um alimento saudável, e sua constituição química é composta por diversas vitaminas, tornando-se favorável ao crescimento de vários tipos de microrganismos, desejáveis e indesejáveis.

O Brasil se encontra atualmente na quarta posição no ranking de produção de leite entre os países que compõem o Mercosul, chegando a produzir cerca de 34 bilhões de litros. O setor leiteiro é de grande importância econômica para abastecimento do mercado interno, pois se encontra entre os seis produtos mais importantes da agroindústria brasileira, estando à frente de produtos de indústrias têxtil, siderúrgicas, café beneficiado e arroz, sendo superada apenas pelo valor da produção de carne bovina. O setor leiteiro chegou a gerar no ano de 2015 um valor bruto estimado em 28,9 bilhões. (EMBRAPA, 2016).

No estado de Rondônia, a pecuária leiteira desempenha um papel de grande relevância no abastecimento do leite e derivados, gerando empregos e rentabilidade para a população e segundo dados do IBGE, EMPRAPA, e juntamente com a secretária de agricultura e pecuária do Estado de Rondônia - SEAGRI-RO (2013) Rondônia tem sido o maior do produtor da região Norte e se encontra em nono lugar na bacia leiteira do País, chegando a gerar cerca de 2,2 milhões de litros de leite por dia.

A grande problemática na qualidade do leite esta relacionada com as propriedades físico-químicas, pois podem ser alterada facilmente por fatores antrópicos (ordenha), ambientais, ação de microrganismos e fases de lactação sendo esse um dos maiores fatores de variação, fator esse que indica um aumento de proteínas, lipídios e lactose (PRASAD; SENGAR, 2002).

As análises realizadas em laboratórios de laticínios se estende em analisar o teor de gordura, a densidade, acidez, teste de álcool, alizarol, extrato seco e desengordurado, crioscopia, teor de proteína, pH, detecção de antibióticos entre outras (BRASIL, 2011).

Com a realização das análises físico-químicas pode se detectar diversos tipos de substâncias utilizadas para alterar as composições químicas do leite, como a densidade normal do leite, alguns reconstituintes conservantes. A utilização dessas substâncias no leite podem causar sérios danos a saúde humana, como o aumento da pressão arterial e sobrecarga renal por adição exagerada de sal, o açúcar e amido também em grandes quantidades oferece ricos aos diabéticos. O sal, açúcar e amido são produtos que são adicionados para mascarar a diluição e equilibrar o nível de sólidos, e adição de formol infelizmente muito utilizado causam danos ao aparelho gastrointestinal, além de exposição cancerígena (BRASIL, 2017).

As análises físico-químicas torna-se então um fator de grande relevância para garantia da qualidade do leite e dos produtos oriundos que são produzidos em laticínios, e o laboratório tem por sua vez a função de realizar as análises do leite bovino e determinação de qualidade do produto final (TRONCO, 2008).

O objetivo do trabalho é identificar através das principais análises físico-químicas possíveis fraudes na composição do leite na região de Jaru-Ro.

2. REFERENCIAL TEÓRICO

2.1 Importância econômica

Em meados do ano de 1850 alguns imigrantes atraídos pelo ciclo do café no Brasil, trouxeram consigo o hábito de consumir o leite e seus derivados, proporcionando assim o avanço da produção de laticínios no Brasil, gerando rentabilidade populacional, pois somente em 1888 com a abolição da escravatura o dinheiro usado para comprar escravos passou a ser usados na pecuária leiteira (ALVES, 2001).

No ano de 2015 o Brasil chegou a gerar um valor bruto estimado em 44,7 bilhões de reais com preço médio de R\$ 1,20 por litro, ordenando 23 milhões de vacas em 99% de todo território brasileiro (EMBRAPA, 2017).

Segundo a EMBRAPA (2017), o setor leiteiro é fonte de renda para 1,2 milhões de pessoas, chegando ser o setor que mais gera empregos permanentes no Brasil, com cerca de 4 milhões de trabalhadores atuando nas áreas rurais com produção primária e em laticínios com os processos do leite e produção derivados.

Segundo dados do IBGE, EMPRAPA, e juntamente com a secretária de agricultura e pecuária do Estado de Rondônia - SEAGRI-RO (2013) no estado, a pecuária leiteira desempenha um papel de grande relevância no abastecimento do leite e derivados, gerando empregos e rentabilidade para a população e aponta estado como o maior do produtor da região Norte e se encontra em 10º lugar na bacia leiteira do País respondendo por 43% da produção regional, chegando a gerar cerca de 2,2 milhões de litros de leite por dia e 708.000 por mês, rentabilidade essa que segundo Paes (2007), o custo é baixo, devido as abundantes chuvas, proporcionando a qualidades dos pastos o que leva a baixa ou nenhuma utilização de insumos agrícolas.

Segundo a matéria divulgada em maio de 2014 no G1 o município de Jaru é o líder na produção de estado, respondendo por 6,34% da produção, seguido por Ouro Preto do Oeste (6,05), Ji-Paraná (4,39%), Urupá (3,7%), Cacoal (3,63%), Nova Mamoré (3,63%), Governador Jorge Teixeira (3,56%), Buritis (3,42%), Espigão do Oeste (3,19%) e Machadinho do Oeste (3,04%).

2.2 Importância nutritiva

O leite é um alimento quase indispensável para os seres humanos desde o seu nascimento graças ao um alto valor nutritivo, fonte de cálcio, o leite possui riboflavina (vitamina B2), vitamina B12, vitamina A, D, E, K, vitamina B6 e alguns minerais como: fósforo, potássio, zinco e magnésio (SILVA, 1997).

A produção e as características físico-químicas do leite poderão ser facilmente alteradas por ações de microrganismos; manipulação incorreta; genética do bovino, fases de lactação, e por conter um grande valor nutricional, esse alimento torna-se um ótimo meio para o desenvolvimento de um grande grupo de micro-organismos desejáveis ou indesejáveis (AGANGA; AMARTEIFIO; CARVALHO, 2000; NKILE, 2002; PRASAD; SENGAR, 2002; SILVA et al., 2011).

2.3 Principais Constituintes do Leite

Estima-se que o leite possua cerca de cem mil constituintes distintos, embora a grande maioria ainda não identificada (SILVA, 1997). A composição aproximada do leite de vaca é apresentada na tabela 1.

Tabela 1: Composição média do leite de vaca.

CONSTITUINTES DO LEITE	TEOR (G/KG)
Água	873
Lactose	46
Gordura	39
Proteínas	32,5
Substâncias minerais	6,5
Ácidos orgânicos	1,8
Outros	1,4

Fonte: Adaptado de BRASIL, 2002.

2.4 Características organolépticas do leite

Segundo a EMPRAPA (2001), as características organolépticas do leite são perceptíveis pelos sentidos humanos: visão, tato, paladar, e olfato que através deste é possível observar a cor, sabor, odor e aspecto geral. O leite de qualidade deve apresentar coloração branco-amarelado e opaca, e seu aspecto é de consistência homogênea, textura suave, ausência de grumos ou filamentos, deve estar sempre limpo e quando em repouso apresenta uma camada de gordura na superfície, odor suave levemente ácido, e gosto levemente adocicado e agradável devido a presença de lactose, esta que se encontra em grande quantidade no leite, a gordura também poderá influenciar no sabor, entre outros processos de manipulação.

2.5 Determinação do Teor de Gordura (Método Gerber)

Segundo a Instrução da Normativa n. 62 de 29 de dezembro de 2011 o leite cru deve apresentar o teor de gordura entre 3.0%, o mínimo aceitável, porém é variável de acordo com as condições climáticas e alimentação dos bovinos, podendo então variar entre 3.5% à 6.0% (Brasil, 2011).

O método mais conhecido e utilizado nos laboratórios de laticínios é o método Gerber, que se utiliza butirômetro para realizar as análises, conforme a Instrução da Normativa n. 68 de 2006 (Brasil, 2006).

2.6 Determinação do Extrato Seco Total (EST) e Extrato Seco Desengordurado (ESD)

Segundo Tronco (2003) a soma de todos os componentes do leite, menos a água, denomina-se Extrato Seco Total (EST), e tem seu valor aproximado de 12%-13%, estes são constituídos de gordura, proteínas, carboidratos, vitaminas e sais minerais (FOSCHIERA, 2004).

Para determinação do EST se faz necessário o uso da gordura (G) e densidade (D), onde:

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

O Extrato Seco Desengordurado nada mais é que a subtração da gordura do Extrato Seco Total, ou seja, $EST - G = ESD$, que tem seu valor aproximado de 8,5%-9% (FOSCHIERA, 2004).

2.7 Análise de Densidade em Leite (Disco de Ackermann)

O leite é uma emulsão de gordura em água e sua densidade é determinada como peso específico, é uma relação entre os componentes que estão em solução e suspensão contra o percentual de gordura, e deve apresentar os valores em torno de 1,028 a 1,032 g/mL de leite (WALSTRA & JENNES, 1984).

A densidade do leite é de extrema importância, porque juntamente com o teor de gordura, auxilia na determinação do extrato seco total. Se a leitura da densidade for realizada de forma incorreta, esta vai influenciar no valor de extrato seco total do leite. Desta forma, torna-se necessário aferir periodicamente, os termolactodensímetros e obter resultados mais confiáveis.

De modo geral, a gordura em concentração elevada provoca uma diminuição no valor da densidade (SILVA et al., 1997).

2.8 Análise de Depressão do Ponto de Congelamento (Crioscopia)

A crioscopia do leite corresponde à depressão do ponto de congelamento do leite que resulta a proporção entre sólidos e líquidos, uma das análises que detecta fraude em relação à água, seus valores normais ficam entre $-0,530^{\circ}H$ a $-0,555^{\circ}H$ (BRASIL, 2017; WALSTRA & JENNES, 1984).

Uma das principais fraudes e a mais grave do leite é a adição de água, que quando acrescentada, os elementos sólidos ficam mais diluídos e há perda de qualidade. Em geral, a adição de água pode ser fonte de contaminação por perigosos germes patogênicos (SILVA et al., 1997).

Os valores da crioscopia dependem de uma série de fatores relacionados com a genética do animal, tipo de leite, ambiente, processamento e às técnicas de crioscopia (SILVA, 1997).

2.9 Análise de pH

O leite apresenta sua variedade de pH entre 6,6 e 6,8 (TRONCO, 1997), podendo variar devido o período lácteo, o colostro por exemplo, apresenta no primeiro dia um pH de 6,25, já no terceiro dia 6,46, já no caso da mastite (inflamação da glândula mamária) o pH torna-se mais alcalino, podendo apresentar um pH de 7,5 (SILVA, 1997).

2.10 Prova do Álcool

O teste do álcool é a capacidade que o leite tem de suportar concentrações mínimas de etanol sem que haja a coagulação do leite (TRONCO, 2008). É obrigatória a utilização do teste do álcool no momento da coleta do leite, sendo que a legislação brasileira determina uma concentração mínima de 72% v/v.

Esse teste é fácil e de rápida execução, sendo que ele é uma combinação de outros testes, o de capacidade de coagulação (teste do álcool), teste de acidez por titulação e o teste de pH (TRONCO, 1997).

2.10.1 Interpretação/Resultado:

- Leite com presença de gomos: resultado positivo;
- Leite sem presença de gomos: resultado negativo.

2.11 Detecção de Antibiótico no Leite (Eclipse 50)

A presença de resíduos antibióticos no leite além de prejudicar o alimento podem também causar problemas a população que ingere leite com antibióticos, que resulta em reações alérgicas, ou tóxicas (BRITO, 2000).

O aparecimento de resíduos de antibióticos é mais frequente após tratamentos de doenças infecciosas, como por exemplo, mastite, isso se deve por conta do antibiótico percorrer toda corrente sanguínea chegando até as glândulas mamárias e conseqüentemente ocorre a contaminação de leite (McEWEN, 1991).

2.11.1 Verificação/Resultado:

Para uma correta interpretação dos resultados deve-se visualizar a parte lateral do tubo, os tubos de cor amarelo esverdeado são resultados negativos e os de cor azul são positivos.

Uma cor azul esverdeado do tubo indica a possível presença de antibiótico em uma concentração próxima ao limite de detecção, neste caso recomenda-se repetir a análise.

2.12 Acidez Titulável Dornic (°D)

O método que determina a acidez no leite é obtido por meio de uma reação de neutralização realizando a titulação do leite por uma solução alcalina hidróxido de sódio, a técnica dornic utilizando a fenolftaleína como indicador do ponto de viragem da reação (TRONCO 1997).

2.12.1 Verificação/Resultado:

O resultado será expresso em graus Dornic (°D). O resultado se dá através da reação entre as soluções que resultará em uma cor rósea que persiste por aproximadamente 30 segundos (BRASIL, 2002).

2.13 Prova do Alizarol

O teste de alizarol é uma análise rotineira e de reação rápida que atua como um indicador de acidez e estabilidade térmica do leite, onde uma amostra do leite é misturada com uma solução indicadora de pH (alizarina). Após a mistura do leite com o alizarol se verifica se ocorrerá a presença de coagulação ou precipitação o que indica que o leite um aumento de acidez no leite (ZANELA et al, 2006, TRONCO, 2003).

Segundo Tronco (2008) quanto maior for a concentração de álcool, melhor será a termoestabilidade do leite, por esse motivo as empresas adotam os padrões para classificar o leite quanto a qualidade, usando os diferentes tipos de concentração da solução que vão de 72°GL a 80°GL (BRASIL, 2002).

2.13.1 Verificação/Resultado:

A verificação é visual, devem-se interpretar os resultados (TRONCO, 2008):

- Coloração violeta: suspeita de fraude com alcalinos ou água;
- Coloração rósea: leite normal;
- Coloração amarela com coagulação: leite ácido.

2.14 Fraudes e Suas Alterações no Leite

- **CONSERVANTES:** Peróxido de hidrogênio (água oxigenada), formol, cloro, bicarbonato e outros alcalinos (BRASIL, 2017).
- **RECONSTITUINTES:** Cloretos (sal), sacarose (açúcar) e amido (BRASIL, 2017).

2.15 Análise Quantitativa de Peróxido de Hidrogênio (H₂O₂)

A adição por essa substância tem por objetivo a conservação do leite, pois a mesma tem ação de inibir o crescimento das bactérias ou até sua destruição (TRONCO, 2008).

Nessa análise o iodeto de potássio reage liberando iodo na presença de peróxido de hidrogênio, conferindo assim no resultado (TRONCO, 2003).

2.15.1 Resultado:

- Coloração branco/amarelado: NEGATIVO
- Coloração verde: POSITIVO (BRASIL, 2002).

2.16 Determinação de Formol em Leite

A adição de formol no leite tem por objetivo a conservação, pois a mesma neutraliza o crescimento das bactérias ou até sua destruição na microbiota presente (TRONCO, 2008).

O formol na presença de cloreto férrico terá uma indicação salmão na amostra coletada que indica a fraude (TRONCO, 2008). Realizar essa análise é extremamente importante, pois a presença de formol no leite pode acarretar várias consequências para o organismo humano.

2.16.1 Resultado:

- Coloração branca amarelada: NEGATIVO
- Coloração salmão: POSITIVO (BRASIL, 2011).

2.17 Análise de Bicarbonato e Outros Alcalinos

Segundo Behmer (1999) a adição de alcalinos são utilizados no intuito de disfarçar a acidez do leite e sua conservação.

No procedimento da análise é utilizado como solução indicadora o ácido rosólico, que por sua vez reage na coloração rósea para positivo (TRONCO, 2008).

2.17.1 Resultado:

- Coloração salmão: NEGATIVO
- Coloração rósea: POSITIVO (BRASIL, 2002).

2.18 Pesquisa de Hipoclorito de Sódio (Cloro) no Leite

A adição de hipoclorito de sódio no leite tem a função de conservação, pois evita o crescimento e ação de microrganismos no leite (BEHMER, 1999).

Nessa pesquisa o teste se baseia na propriedade em que o reagente iodeto de potássio reagirá na presença de cloro, demonstrando coloração amarelada na adição de cloro, detectando assim a fraude no leite (TRONCO, 2008).

2.18.1 Resultado:

- Coloração branca amarelada: NEGATIVO
- Coloração amarelo tijolo: POSITIVO (TRONCO, 2003).

2.19 Pesquisa de Cloretos no Leite

A análise de cloretos tem por objetivo a detecção de fraude por adição de sal, uma vez que é utilizado para reconstituir a densidade do leite (TRONCO, 2008).

No procedimento da análise se tem a ação do nitrato de prata em presença do indicador cromato de potássio, onde se ocorrer a adição de sal haverá um consumo maior de nitrato de prata, desse modo se dá uma coloração indicadora positiva de adulteração no leite (LOPES, 2000).

2.19.1 Resultado:

- Coloração marrom/castanho: NEGATIVO;
- Coloração amarela: POSITIVO. (BRASIL, 2011).

2.20 Teste Quantitativo para Verificação de Sacarose em Leite

Segundo Tronco (2008), a adição de sacarose (açúcar) tem por objetivo reconstituir a densidade normal do leite.

Na adição de ácido e resorcina na amostra suspeita o açúcar libera o radical redutor aldeído, que resultará após o aquecimento em banho-maria por um ou dois minutos em uma reação de oxirredução de cor rósea (TRONCO, 2008).

2.20.1 Resultado:

- Coloração amarela azulada: NEGATIVO;
- Coloração rósea e vermelha: POSITIVO (BRASIL, 2011).

2.21 Análise de Amiláceos (Amido) no Leite

A análise de amido é realizada no intuito de detectar fraude por adição de amido, utilizado para reconstituição da densidade normal do leite (TRONCO, 2008).

O aquecimento ajuda na abertura da cadeia do amido, onde a ação do iodo presente na solução lugol, agirá na cadeia do amido absorvendo o iodo e formando um composto azul detectando a fraude por adição de amiláceos no leite (TRONCO, 2008).

2.21.1 Resultado:

- Coloração branca amarelada: NEGATIVO;
- Coloração azulada: POSITIVO (BRASIL, 2002).

4 PROCEDIMENTOS METODOLÓGICOS

As análises foram realizadas no laboratório de um laticínio do município de Jaru-Ro, no período de janeiro a outubro de 2017, ao decorrer de todos os dias desse período, onde o mesmo se utiliza de equipamentos necessários para realização das análises. As amostras foram coletadas em fracos limpos e esterilizados e mantidas sob uma refrigeração de 4°C, a fim de evitar o desenvolvimento de microrganismos.

Para a realização do presente trabalho será realizado procedimentos de coletas de amostras do leite cru refrigerado a granel com capacidade de vinte mil litros (20.000) e estas serão submetidas a análises físico-químicas rotineiras, onde serão observados o teor de gordura, extrato seco total e extrato seco desengordurado, densidade, pH, acidez, crioscopia, alizarol, teste de álcool à 77% e análises para detecção de fraudes de conservantes e reconstituintes de acordo com as normas pré estabelecidas pelo RIISPOA.

Após a obtenção das análises laboratoriais e comparação com as normas estabelecidas pelo RIISPOA, as amostras serão submetidas a análises de variância pelo

sistema estatístico (SISVAN 5.6) quanto as variáveis quantitativas, onde os comparativos serão realizados sob o teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade, onde o mesmo será descrito através de análises Delimitação Inteiramente Casualizados (DIC), onde para obtenção dos resultados serão realizados 10 (dez) tratamentos, 7 (sete) variáveis e 28 (vinte e oito) repetições, totalizando 196 (cento e noventa e seis) amostras com objetivo de verificar a oscilação das médias variáveis.

A descrição da redação científica terá como base estudos científicos já publicados e normativas estabelecidas pela legislação.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados obtidos através das análises físico-químicas do leite cru refrigerado ao longo da pesquisa estão apresentados na Tabela 1.

Tabela 1 - Análises físico-químicas de amostras do leite cru refrigerado e estatística descritiva dos coeficientes de variação estudados no período de Janeiro a Outubro de 2017

TRATAMENTOS	ACIDEZ (%)	CRIOSCOPIA (° H)	DENSIDADE (g/mL)	PH
MÊS 01	0.147857 ^{a1}	0.534500 ^{a1}	1.031536 ^{a1 a2}	6.710357 ^{a1}
MÊS 02	0.147857 ^{a1}	0.534250 ^{a1}	0.994714 ^{a1}	6.697143 ^{a1}
MÊS 03	0.149000 ^{a1}	0.532433 ^{a1}	1.031267 ^{a1 a2}	6.693333 ^{a1}
MÊS 04	0.148125 ^{a1}	0.533500 ^{a1}	1.031344 ^{a1 a2}	6.766562 ^{a1}
MÊS 05	0.146863 ^{a1}	0.527627 ^{a1}	1.031137 ^{a1 a2}	6.752353 ^{a1}
MÊS 06	0.148485 ^{a1}	0.533909 ^{a1}	1.031818 ^{a2}	6.720000 ^{a1}
MÊS 07	0.148000 ^{a1}	0.534333 ^{a1}	1.031367 ^{a1 a2}	6.726667 ^{a1}
MÊS 08	0.147143 ^{a1}	0.532786 ^{a1}	1.031179 ^{a1 a2}	6.718929 ^{a1}
MÊS 09	0.148571 ^{a1}	0.533286 ^{a1}	1.031500 ^{a1 a2}	6.709643 ^{a1}
MÊS 10	0.148941 ^{a1}	0.533012 ^{a1}	1.031718 ^{a1 a2}	6.700824 ^{a1}
CV %	2.51	2.17	4.65	1.47
ERRO PADRÃO	0,000642	0,001994	0,008242	0,017035

Legenda:* Médias seguidas pelo mesmo número não diferem estatisticamente pelo teste Tukey a 5% de probabilidade.

Fonte: Dados da pesquisa.

As prevalências de resultados referidos nos dez meses descritos (tabela 1) mostraram que os CV (coeficiente de variação) mostraram valores significamente baixos o que indica que as análises realizadas no laboratório obtiveram precisão nos resultados, que segundo Peters, W. S. & Summer, G. W. (1998) uma vez que o CV apresenta valores entre 10% e 15% se têm ótima precisão e baixa dispersão de dados. Para determinações da variável densidade as amostras mostraram uma diferença significativa nas médias no decorrer do experimento,

mantendo-se com a média do CV de 4,65% e se apresentaram dentro dos valores relativos entre 1,028 a 1,032 g/mL, que mediante essa análise se avalia a relação entre os sólidos e os solventes, que juntamente com a análise de gordura determina o teor de sólidos do leite. As amostras apresentaram valores estabelecidos pelo padrão da normativa 51 (BRASIL, 2002).

Tabela 2 - Análises físico-químicas de amostras do leite cru e estatística descritiva dos coeficientes de variação estudados no período de Janeiro a Outubro de 2017

TRATAMENTOS	GORDURA (%)	E.S.D (g/100g)	E.S.T (g/100g)
MÊS 01	3.345357 ^{a1 a2}	8.869643 ^{a2}	12.215000 ^{a1}
MÊS 02	3.322143 ^{a1}	8.890000 ^{a2}	12.213214 ^{a1}
MÊS 03	3.311000 ^{a1}	8.893667 ^{a2}	12.204667 ^{a1}
MÊS 04	3.311875 ^{a1}	8.891875 ^{a2}	12.203750 ^{a1}
MÊS 05	3.359608 ^{a1 a2}	8.775686 ^{a1 a2}	12.135294 ^{a1}
MÊS 06	3.379394 ^{a1 a2}	8.850909 ^{a2}	12.230303 ^{a1}
MÊS 07	3.367333 ^{a1 a2}	8.775667 ^{a1 a2}	12.143000 ^{a1}
MÊS 08	3.506786 ^{a3}	8.719643 ^{a1 a2}	12.226071 ^{a1}
MÊS 09	3.387857 ^{a1 a2}	8.490000 ^{a1}	12.187857 ^{a1}
MÊS 10	3.413765 ^{a2}	8.802000 ^{a1 a2}	12.213765 ^{a1}
CV %	3.11	4.81	1.23
ERRO PADRÃO	0,018130	0,072809	0,025908

Legenda:* Médias seguidas pelo mesmo número não diferem estatisticamente pelo teste Tukey a 5% de probabilidade.

Fonte: Dados da pesquisa.

Nas Tabelas 1 e 2 observa-se que os valores do erro padrão se mantiveram baixos, o que eleva a confiabilidade dos resultados, pois o mesmo tem por objetivo avaliar a confiabilidade das médias calculadas. Ao longo da pesquisa observou-se que houve variações nos constituintes do leite, onde o extrato seco desengordurado (E.S.D.) e os teores de gordura apresentaram diferenças significativas e demonstram estar de acordo com a Instrução Normativa n°. 62, podendo haver variações nos valores às condições climáticas, alimentação e raça (BRASIL, 2011; PRASAD; SENGAR, 2002).

Observou-se que as variáveis no índice crioscópico, extrato seco total (E.S.T.), teste de acidez e teste de pH não apresentaram variações significativas nos experimentos, apenas diferença nas médias.

Para determinação dos testes de álcool a 77% v/v as amostras analisadas se encontram dentro dos padrões estabelecidos pela Instrução Normativa n°.51 de 18 de setembro de 2002 que determina que a concentração mínima é de 72% v/v (BRASIL 2017). Para prova do alizarol o laboratório utilizou a concentração de 76% onde todas as amostras se encontraram

de acordo com o estudo de Zanela et al (2006), que adotou para suas pesquisas os padrões estabelecidos pela legislação vigente que indica os tipos de concentração da solução que vão de 72°GL à 80°GL (BRASIL, 2006). Os resultados das análises são apresentados na Tabela 3.

Tabela 3 – Resultado das análises físico-químicas das amostras do leite cru demonstrando resultados obtidos no decorrer da pesquisa

PERIODO	ÁLCOOL	CONSERVANTES	RECONSTITUINTES	ANTIBIÓTICO	ALIZAROL
MÊS 01	77Neg	NEG	NEG	NEG	76Neg
MÊS 02	77Neg	NEG	NEG	NEG	76Neg
MÊS 03	77Neg	NEG	NEG	NEG	76Neg
MÊS 04	77Neg	NEG	NEG	NEG	76Neg
MÊS 05	77Neg	NEG	NEG	NEG	76Neg
MÊS 06	77Neg	NEG	NEG	NEG	76Neg
MÊS 07	77Neg	NEG	NEG	NEG	76Neg
MÊS 08	77Neg	NEG	NEG	NEG	76Neg
MÊS 09	77Neg	NEG	NEG	NEG	76Neg
MÊS 10	77Neg	NEG	NEG	NEG	76Neg

Fonte: Dados da pesquisa.

Todas as amostras analisadas para detecção de substâncias conservadoras e reconstituíntes mostraram resultados negativos e estão de acordo com o decreto estabelecido pelo Regulamento de Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal (RIISPOA) que no Art.81, Paragrafo II acusa como ato criminalístico de consumo colocar a disposição da sociedade produtos fraudados.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

O leite e seus derivados estão presentes em grande parte da alimentação humana, e devido sua natureza perecível torna-se então relevante o papel do controle de qualidade e análises rotineiras para verificação dos resultados.

Os comparativos dos componentes do leite demonstraram que as análises de gordura, extrato seco desengordurado (E.SD) e densidade foram as variáveis que mais oscilaram significativamente. De modo geral, o laboratório do laticínio se encontra de acordo com as legislações que regem o controle de qualidade do leite no país, de maneira que todos os resultados obtidos se enquadram dentro dos padrões estabelecidos.

7 REFERÊNCIAS

AGANGA, A. A.; AMARTEIFIO, J. O.; NKILE, N. **Effect of stage of lactation on nutrient composition of Tswana sheep and goat's milk**. Journal of Composition and Analysis, v. 15, n. 5, p. 533-543, 2002.

ALBUQUERQUE, L. G. et al. **Produção de leite e desempenho do bezerro na fase de aleitamento em três raças bovinas de corte**. Revista da Sociedade Brasileira de Zootecnia, v. 22, n. 5, p. 745-754, 1993.

ALVES, D. R. **Industrialização e comercialização do leite de consumo no Brasil**. In: MADALENA, Fernando Enrique; MATOS, Leovegildo Lopes de; HOLANDA JR., Evandro Vasconcelos. Produção de leite e sociedade: uma análise crítica da cadeia do leite no Brasil. Belo Horizonte, FEP-MVZ Editora, 2001, cap. 4, p. 75-83.

BRASIL, Ministério da Agricultura. Instrução Normativa nº 51 de 18 de setembro de 2002. **Regulamentos Técnicos de Produção, Identidade, Qualidade, Coleta e Transporte de Leite**. Diários Oficiais da União, Brasília, 39p, 2002.

BRASIL, Ministério da Agricultura. Instrução Normativa nº 68 de 12 de dezembro de 2006. **Normas para Métodos Analíticos Oficiais Físico-Químicos, para Controle de Leite e Produtos Lácteos**. Diário Oficial da União, 14 de dezembro de 2006, seção 1, pag. 8.

BRASIL, Ministério da Agricultura, pecuária e abastecimento, Gabinete do Ministro, **Instrução Normativa n. 62**, de 29 de dezembro de 2011.

BRASIL, Decreto 30.691 de 29 de março de 1952 alterado pelo decreto 1.255 de 25 de junho de 1962. Regulamenta Inspeção Industrial Sanitária de Produtos de origem Animal (RIISPOA). **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, Brasília, DF, 2017. Disponível em: <://www.scribd.com/doc/3194328/RIIPOA>. Acesso em: 12 maio de 2017.

BEHMER, M. L. A. **Tecnologia do leite: queijo, manteiga, caseína, iogurte, sorvetes e instalações: produção, industrialização, análise**. 13. Ed. São Paulo: Nobel, 1999.

BRITO, M. A. V. P. **Resíduos de antimicrobianos no leite. Juiz de Fora: Embrapa Gado de Leite**, 2000. 28 p. (Embrapa Gado de Leite. Circular Técnica, 60).

CARVALHO, M. P de. Manipulando a composição do leite: gordura. 1 Curso online sobre qualidade do leite. Milkpoint. 2000. 15p.

EMBRAPA, disponível em

<http://www.baldebranco.com.br/alguns-numeros-do-leite/>, acessado em 25/09/17.

EMBRAPA, disponível em

<http://www.baldebranco.com.br/forca-agro-e-leite-no-brasil/>, acessado em 26/09/17.

EMBRAPA, disponível em

http://www.agencia.cnptia.embrapa.br/Agencia8/AG01/arvore/AG01_188_21720039246.htm, acessado em 31/10/17.

FOSCHIERA, J. L. **Indústria de Laticínios: Industrialização do leite, análises, produção de derivados**. Porto Alegre: Suliani Editografia Ltda, 2004.

LOPES, J. E. F. **Proposta de um manual de boa prática de fabricação aplicado à indústria laticinista**. Leites & Derivados, setembro/outubro, 2000.

McEWEN.; BLACK, W. D.; MEEK, A.H. Antibiotic residue prevention methods, farm management, and occurrence of antibiotic residues in milk. **Journal of Dairy Science**, v. 74, p. 2128-2137, 1991.

PETERS, W. S. & SUMMER, G. W. **Análise estatística e processo decisório**. 2.ed. Trad. Nathanael C. Caxeiro. Rio de Janeiro, Fundação Getúlio Vargas, 1998, 683p.

PRASAD, H.; SENGAR, O. P. S. Milk yield and composition of the Barbari gota breed and its crosses with Jamunapari, Beetal and Black Bengal. **Small Ruminant research**, v. 45, p. 79-83, 2002.

SANTOS, E. C.; XAVIER, A. T. V.; PASSOS, L. A. S. **Aparente deflexão sazonal de alguns constituintes do leite no início da primavera**. Revista do Instituto de Laticínios Cândido Tostes, v. 36, n. 215, p. 9-15, 1981.

SILVA, L. C. C; BELOTI, V; TAMANINI, R. et al. Rastreamento de fontes da contaminação microbiológica do leite cru durante a ordenha em propriedades leiteiras do Agreste Pernambucano. **Semina Ciências Agrárias**, v32, n.1, p.267-276, 2011).

SILVA, P. H. F.; **Físico-Química do Leite e Derivados: Métodos Analíticos**. Juiz de Fora, 1997.

SILVA, P. H. F.; PEREIRA, D. B. C.; OLIVEIRA, L. L. & COSTA JUNIOR, L. C. G. **Físico-química do leite. Métodos analíticos**. Juiz de Fora: Gráfica Oficina de Impressão, 1997.

TRONCO, V. M. **Manual para inspeção e qualidade do leite**. Santa Maria: Ed. Da UFSM, 166p. 1997.

TRONCO, V. M. **Manual para Inspeção e Qualidade do Leite**. 2ª Ed. Santa Maria: UFSM, 2003.

TRONCO, V. M. **Manual para Inspeção e Qualidade do Leite**. 3ª Ed. Santa Maria: UFSM, 2008.

WALSTRA, P. & JENNESS, R. **Química y física lactológica**. Editorial Acribia (Zaragoza), 423p. 1984.

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