

UNIVERSIDADE BRASIL

Campus Descalvado

PAULO HENRIQUE GILIO GASPAROTTO

**Avaliação da qualidade do leite UHT, quanto aos parâmetros:
alizarol, acidez dornic, densidade e presença de formaldeído de
nove marcas comercializadas no município de Ji-Paraná-RO**

**Evaluation of the quality of UHT milk, regarding the parameters: alizarol, dornic
acidity, density and presence of formaldehyde of nine brands commercialized
in the municipality of Ji-Paraná-RO**

Descalvado, SP

2018

Paulo Henrique Gilio Gasparotto

**Avaliação da qualidade do leite UHT, quanto aos parâmetros:
alizarol, acidez dornic, densidade e presença de formaldeído de
nove marcas comercializadas no município de Ji-Paraná-RO**

Orientador: Dr. Vando Edésio Soares

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Produção Animal da Universidade Brasil como complementação de créditos necessários para obtenção do título de mestre em Produção Animal.

Descalvado, SP

2018

FICHA CATALOGRÁFICA

Gasparotto, Paulo Henrique Gilio
G232a Avaliação da qualidade do leite UHT, quanto aos parâmetros: alizarol, acidez dornic, densidade e presença de formaldeído de nove marcas comercializadas no município de Ji-Paraná-RO / Paulo Henrique Gilio Gasparotto. – Descalvado, 2018.
 xiii, 34 f. : il. ; 29,5cm.

Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Produção Animal da Universidade Brasil, como complementação dos créditos necessários para obtenção do título de Mestre em Produção Animal.

Orientador: Prof. Dr. Vando Edésio Soares

1. Qualidade do leite. 2. Composição do leite. 3. Leite adulterado. I. Título.

CDD 636.2142098111



Termo de Autorização

Para Publicação de Dissertações e Teses no Formato Eletrônico na Página WWW do Respeetivo Programa da Universidade Brasil e no Banco de Teses da CAPES

Na qualidade de titular(es) dos direitos de autor da publicação, e de acordo com a Portaria CAPES no. 13, de 15 de fevereiro de 2006, autorizo(amos) a Universidade Brasil a disponibilizar através do site <http://universidadebrasil.edu.br/portal/cursos/ppgpa/>, na página do respectivo Programa de Pós-Graduação *Stricto Sensu*, bem como no Banco de Dissertações e Teses da CAPES, através do site <http://bancodeteses.capes.gov.br>, a versão digital do texto integral da Dissertação/Tese abaixo citada, para fins de leitura, impressão e/ou *download*, a título de divulgação da produção científica brasileira.

A utilização do conteúdo deste texto, exclusivamente para fins acadêmicos e científicos, fica condicionada à citação da fonte.

Título do Trabalho: "Avaliação da qualidade do leite UHT, quanto aos parâmetros: alizarol, acidez, densidade e presença de formaldeído de nove marcas comercializadas no município de Ji-Paraná/RO".

Autor(es):

Discente: Paulo Henrique Gillio Gasparotto

Assinatura: _____

Orientador: Prof. Dr. Vando Edésio Soares

Assinatura: _____

Data: 06 de março de 2018

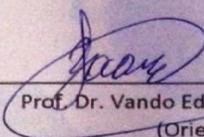


CERTIFICADO DE APROVAÇÃO

Paulo Henrique Gillio Gasparotto

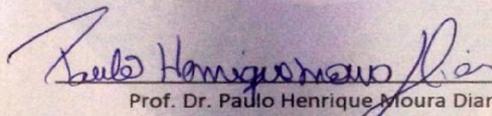
“Avaliação da qualidade do leite UHT, quanto aos parâmetros: alizarol, acidez, densidade e presença de formaldeído de nove marcas comercializadas no município de Ji-Paraná/RO”.

Dissertação aprovada como requisito parcial para obtenção do título de Mestre no Programa de Pós-Graduação em Produção Animal da Universidade Brasil, pela seguinte banca examinadora:

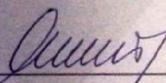


Prof. Dr. Vando Edésio Soares
(Orientador)

Programa de Pós-Graduação em Produção Animal



Prof. Dr. Paulo Henrique Moura Dian
Programa de Pós-Graduação em Produção Animal



Profa. Dra. Helena Fagundes Karsburg
Agrindus S.A empresa agrícola pastoril
Produtividade e Qualidade Animal com ênfase em Qualidade do leite

Descalvado, 06 de março de 2018

Prof. Dr. Vando Edésio Soares
Presidente da Banca

DEDICATÓRIA

A Deus, toda honra e toda a glória seja dada a ele.

A minha família, que me incentivou a todo momento.

AGRADECIMENTOS

Gostaria de agradecer primeiramente a Deus, por ter me sustentado até o presente momento.

A minha esposa, que é uma companheira, sempre me ajudando.

A minha mãe e irmã, que são o alicerce para minhas conquistas.

A todos os professores do programa de Mestrado Profissional em Produção Animal, em especial ao meu orientador, pela ajuda na construção do trabalho.

A todos, muito obrigado!!

Avaliação da qualidade do leite UHT, quanto aos parâmetros: alizarol, acidez dornic, densidade e presença de formaldeído de nove marcas comercializadas no município de Ji-Paraná-RO

RESUMO

Define-se como leite adulterado aquele que sofreu a subtração de qualquer uma de suas substâncias, bem como a adição de água, de conservantes ou qualquer elemento estranho à sua composição original. Foram realizadas análises de nove marcas, que foram denominadas amostras de leite UHT, referem-se à caixas de 1 (um) litro de UHT integral. De cada marca, foram utilizadas seis caixas de leite UHT (1 L) de lotes de fabricação distintos, caracterizando, assim seis repetições, totalizando cinquenta e quatro amostras analisadas entre os meses de novembro de 2016 a abril de 2017, essas de lotes de fabricação distintos. As amostras foram analisadas no laboratório de análises de alimentos e Tecnologia de Produtos de Origem animal do Hospital Veterinário do Centro Universitário Luterano de Ji-Paraná-RO. Foram realizadas análises de acidez titulável, alizarol, densidade a 15°C e formaldeído. Verificou-se que para a acidez Dornic (°D), 88,88% das amostras estavam em desconformidade com a legislação. Para o teste do alizarol, 96,29% das amostras avaliadas estavam dentro do padrão. Em relação ao teste de densidade a 15°C, um total de 1,85% das amostras apresentaram resultados irregulares. Quanto à presença de formaldeído, 7,40% das amostras foram positivas. Uma fiscalização mais eficaz e um melhor controle de qualidade na linha de produção e beneficiamento faz-se necessária para que o produto final seja seguro ao consumidor.

Palavras Chave: Qualidade do leite, composição do leite, leite adulterado.

Evaluation of the quality of UHT milk, regarding the parameters: alizarol, dornic acidity, density and presence of formaldehyde of nine brands commercialized in the municipality of Ji-Paraná-RO

ABSTRAT

It is defined as adulterated milk that has undergone the subtraction of any of its substances, as well as the addition of water, preservatives or any element foreign to its original composition. Analyzes were performed of nine brands, which were denominated UHT milk samples, refer to boxes of 1 (one) liter of integral UHT. Six boxes of UHT (1 L) milk of different manufacturing lots were used from each brand, thus characterizing six replicates, totaling fifty - four samples analyzed between November 2016 and April 2017, different. The samples were analyzed in the Laboratory of Food Analysis and Technology of Animal Products of the Veterinary Hospital of the Lutheran University Center of Ji-Paraná-RO. Analyzes of titratable acidity, alizarol, density at 15°C and formaldehyde were performed. It was verified that for the Dornic acidity (^oD), 88.88% of the samples were in disagreement with the legislation. For the alizarol test, 96.29% of the samples evaluated were within the standard. Regarding the density test at 15°C, a total of 1.85% of the samples presented irregular results. Regarding the presence of formaldehyde, 7.40% of the samples were positive. A more effective inspection and better quality control in the production and processing line is necessary for the final product to be safe to the consumer.

Key words: Milk quality, milk composition, adulterated milk.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Fluxograma do processo de fabricação do leite UHT.....	16
--	----

LISTA DE TABELAS

TABELA 01: Características físico-químicos do leite cru refrigerado segundo a IN 62-2011 e RIISPOA.....	5
TABELA 02: Parâmetros de qualidade do leite UHT	26
TABELA 03 : Valores experimentais para acidez dornic de leite UHT integral comercializadas no município de Ji-Paraná, RO	203
TABELA 04: Valores médios (média aritmética) e respectivos desvios padrões de acidez dornic de leite UHT integral de nove marcas comercializadas no município de JiParaná-RO.....	214
Tabela 05: Resultado de acidez dornic nas marcas de leite UHT avaliados, teste de Kruskal-Wallis.....	35
TABELA 06 : Valores de acidez pelo teste do alizarol em amostras de leite UHT integral comercializadas no município de Ji-Paraná-RO.....	22
6	
TABELA 07: Valores para acidez alizarol de leite UHT integral comercializadas no município de Ji-Paraná-RO.....	237
Tabela 08: Resultado de acidez alizarol nas marcas de leite UHT avaliados, teste de Kruskal-Wallis.....	37
TABELA 09: Valores experimentais para acidez Dornic em leite UHT integral comercializadas no município de Ji-Paraná-RO.....	248
TABELA 10: Valores experimentais para densidade de leite UHT integral comercializadas no município de Ji-Paraná, RO.....	259
TABELA 11: Resultado de densidade nas marcas de leite UHT avaliados, teste de Kruskal-Wallis.....	39

TABELA 12: Valores experimentais para formaldeído de leite UHT integral comercializadas no município de Ji-Paraná, RO.....	40
TABELA 13: Valores experimentais para formaldeído de leite UHT integral comercializadas no município de Ji-Paraná, RO.....	271
TABELA 14: Valores experimentais para formaldeído em avaliação de 54 amostras de leite UHT integral comercializadas no município de Ji-Paraná, RO.....	42

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

UHT-Ultra-High Temperature

UAT-Ultra Alta Temperatura

IN- Instrução Normativa

pH-Potencial Hidrogeniônico

BPL- Boas Práticas de laboratório

IBAMA-Instituto Brasileiro do Meio Ambiente

MAPA-Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento

ANVISA-Agência Nacional de Vigilância Sanitária

%- Porcentagem

α -Alfa

β - Beta

γ -Gama

k-Kapa

CBT-Contagem Bacteriana Total

CCS-Contagem de Células Somáticas

N°-Numero

RIISPOA-Regulamento de Inspeção Industrial e Sanitário de Produtos de Origem Animal

G-Gramas

Mín-Mínimo

PCR-Reação de Cadeia de Polimerase

°C-Graus Celsius

v- Volume\Volume

UFC-Unidade Formadora de Colônia
RDC-Resolução da Diretoria Colegiada
ST-Sólidos Totais
SNG-Sólidos Não Gordurosos
RO-Rondônia
RS-Rio Grande do Sul
mL-Mililitros

Sumário

RESUMO.....	vii
ABSTRAT	viii
LISTA DE FIGURAS	ix
LISTA DE TABELAS	x
LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS	xi
1. INTRODUÇÃO.....	1
1.1 Relevância do tema.....	2
2. Fundamentação	3
2.1 Boas Práticas de Laboratório	3
2.2 Composição do leite	4
2.3 Análise Físico-Químicas Obrigatórias do Leite Cru Refrigerado	5
2.4 Acidez	6
2.5 Densidade e Crioscopia do leite	7
2.6 Composição.....	8
2.7 Extrato Seco Total e Desengordurado	8
2.8 Conservantes.....	9
2.9 Neutralizantes de Acidez	10
2.10 Reconstituintes da Densidade	11
2.11 Resíduos de Antibióticos	11
2.12 Leite Ultra Alta temperature (UAT) ou Ultra High Temperature (UHT).....	12

3. Objetivo geral.....	17
3.1 Objetivo Específico	17
4. MATERIAIS E MÉTODOS	18
5.RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	20
6. CONCLUSÃO.....	28
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	29

1. INTRODUÇÃO

Entende-se por leite, sem outra especificação, o produto oriundo da ordenha completa, ininterrupta, em condições higiênicas, de vacas sadias, bem alimentadas e descansadas [1]. O Leite UHT ou UAT, por sua vez, é o leite homogeneizado submetido, durante dois a quatro segundos, a uma temperatura entre 130°C e 150°C, mediante processo térmico de fluxo contínuo, imediatamente resfriado a uma temperatura inferior a 32°C e envasado sob condições assépticas em embalagens estéreis e hermeticamente fechadas. Tal processamento tem por objetivo impedir perigos à saúde pública decorrentes de microrganismos patogênicos eventualmente presentes no leite, de forma a ocorrer mínimas modificações químicas, físicas, sensoriais e nutricionais ao produto [2].

O leite é a principal fonte de cálcio na alimentação humana, cuja importância está relacionada às suas funções no organismo humano, pois contribui para a formação do tecido ósseo, promove o crescimento, regula o sistema nervoso e aumenta a resistência a infecções [3].

As características físico-químicas determinam a qualidade do leite, detectando fraudes, como, por exemplo, adição de água ou conservantes. Logo, define-se como leite adulterado aquele que sofreu a subtração de qualquer uma de suas substâncias, exceto a gordura para o leite tipo magro, bem como a adição de água, de conservantes ou qualquer elemento estranho à sua composição original [2].

Existem os métodos oficiais obrigatórios de análises físico-químicas para controle de leite e produtos lácteos, sendo eles: gordura, densidade a 15°C, extrato seco total, extrato seco desengordurado, índice crioscópico, fosfatase, peroxidase e acidez, chamadas de análises quantitativas e qualitativas [4].

A avaliação da qualidade do leite, através do parâmetro de acidez, por meio da titulação em graus Dornic e do teste de alizarol, que determinam o pH, está sendo bastante utilizada, devido à facilidade e rapidez de execução e atendimento a legislação atual [5,6].

O teste de densidade é utilizado como indicador de fraudes e adulterações, sendo que a densidade do leite depende absolutamente da matéria dissolvida e suspensa no volume pesquisado, isto é, do extrato seco desengordurado, gordura e

água. A densidade serve como indicador para a detecção de resíduo de água incorporada durante o tratamento térmico ou ainda fraude por adição de água, uma vez que a quantidade de água presente no leite e a densidade do mesmo são inversamente proporcionais. Isto acontece porque a densidade da água é menor quando comparada a do leite e o resultado final tende a se aproximar do valor da água [7,8].

É permitido somente o uso do citrato de sódio, monofosfato de sódio, difosfato de sódio e trifosfato de sódio como estabilizantes no leite UHT. Contudo, o formol tem sido adicionado no leite como forma de conservar a matéria-prima, visto que este composto tem a capacidade de inibir a multiplicação dos microrganismos, mascarando problemas de deficiência no sistema de refrigeração e higiene na etapa de ordenha e em equipamentos envolvidos durante o processamento [9,10].

Para ser considerado apto ao consumo humano, o leite UHT deve conter características sensoriais normais, teor de gordura original para leite integral com 3% de gordura para leite padronizado, estabilidade ao teste alizarol 72%, acidez entre 14 e 18° Dornic e densidade relativa entre 1,028 a 1,034, além de ausência de adulterantes [7].

1.1 Relevância do tema

A economia do estado de Rondônia gira em torno do agronegócio, com destaque para a produção de leite, essa atividade é uma das melhores formas de crescer renda na agricultura familiar, por não necessitar de grandes áreas para produção. O aumento da competitividade do segmento do leite em Rondônia está condicionado a diversos fatores como: melhoria da capacitação tecnológica, gerencial dos produtores e laticinistas, melhoria da qualidade do rebanho leiteiro; incentivo ao associativismo, principalmente como uma estratégia de sobrevivência para os pequenos pecuaristas; melhoria da gestão da cadeia de refrigerados; estabelecimento de um padrão de qualidade para os produtos regionais derivados do leite, implantação de políticas efetivas de defesa comercial, disponibilidade de crédito e sanidade do rebanho. O estado de Rondônia apresenta uma produção média diária superior a 2,2 milhões de litros de leite, sendo considerado o maior produtor de leite da região Norte e a 9ª maior bacia leiteira Brasileira. Pesquisas feitas pela EMBRAPA com auxílio da EMATER

Rondônia revelou que a qualidade do leite na microrregião central de Rondônia está acima do limite permitido pela legislação passando dos 750 mil UFC. A forma UHT é a principal fonte de consumo de leite fluido no estado, onde possui marcas produzidas no próprio estado e marcas produzidas provenientes de outros estados. Possui poucas agroindústrias de leite pasteurizado e nenhuma de leite tipo A. O estado conta com 37 Laticínios, estabelecimentos estes inspecionados pelo Serviço de Inspeção Federal (SIF), buscando logo após resultados melhorar a qualidade do leite garantindo à população o consumo de produtos lácteos mais seguros, nutritivos e saborosos. Rondônia e o estado Natural da Pecuária, sendo assim, uma potência em relação à Produção de Alimentos, rico em biodiversidade ambiental e bioma, com clima e temperatura propicia para crescimento de bactérias no leite que se trata de um meio de cultura por ser um alimento com elevados índices de nutrientes, com isto produtores rurais ou a indústria lácticas que não seguem as normas de segurança alimentar, podem fraudar o produto para mascarar sua qualidade.

2. Fundamentação

2.1 Boas Práticas de Laboratório

O termo “boas práticas de laboratório” está, a cada dia, mais fortemente presente na indústria de laticínios. Este e outros conceitos, tais como garantia da qualidade, gestão da qualidade, segurança alimentar, qualidade assegurada, são algumas das exigências de um mercado cada vez mais competitivo, cujos consumidores, melhor informados sobre alimentação e saúde, buscam produtos que atendam, não só as suas necessidades, mas também às suas expectativas em relação ao que consomem [11].

As Boas Práticas de Laboratório é um sistema de qualidade que abrange o processo organizacional e as categorias nas quais estudos não-clínicos, relacionados à saúde e à segurança ao meio ambiente, são planejados, desenvolvidos, monitorados, registrados, arquivados e relatados [12].

Constituem-se em testes geralmente exigidos por órgãos regulamentadores para fins de avaliação e o registro de produtos como agrotóxicos, seus componentes

e afins, fármacos, cosméticos, preservativo de madeira, aditivos de alimentos e de rações, produtos veterinários, saneantes, produtos químicos industriais e organismos geneticamente modificados. O conceito de "laboratórios", segundo os Princípios das Boas Práticas de Fabricação (BPL), abrange instalações de teste (unidade principal que pode ser laboratórios, instalações de campo, estufas) e unidades de teste (unidade onde uma ou mais fase de um estudo é realizado, podendo ser laboratório, instalações de campo, estufas) [12].

Os Princípios de Boas Práticas de Laboratório, fazem parte do programa de autocontrole, sendo de extrema importância e imprescindíveis para que o sistema de gestão de qualidade da indústria funcione. Por isso, as equipes de controle de qualidade das indústrias lácteas vêm buscando estruturar seus trabalhos, com base nessas normas e conceitos, elaborando seus manuais de Boas Práticas de Laboratório e treinando suas equipes, para trabalharem focadas, sobretudo, na segurança pessoal e na confiabilidade dos resultados obtidos nas rotinas analíticas [11].

2.2 Composição do leite

O Leite é constituído por mais de 100.000 espécies moleculares. Os seus principais constituintes são: gordura, proteína (75% caseína e 25% proteínas do soro do leite), lactose, sais minerais, cinzas e água [13]. A importância do leite sob o ponto de vista nutricional se deve a qualidade de suas proteínas, que são divididas em caseínas (α_1 , α_2 , β , γ e κ) e proteínas do soro (albumina, α -lactoalbumina, β -lactoglobulina, imunoglobulinas e protease-peptonas), ao seu teor elevado em cálcio, fósforo, magnésio, vitamina A e riboflavina [14].

A produção e a composição do leite de vaca são influenciadas por vários fatores, podendo estar relacionados ao indivíduo, como espécie, raça, estágio de lactação, número de lactações, idade; a fatores ambientais, como temperatura, umidade, radiação solar; fatores fisiológicos e patológicos, como estágio de lactação, presença de mastite; fatores nutricionais e relacionados ao manejo, como intervalo entre ordenhas, persistência de lactação, relação volumoso: concentrado da dieta [15].

O leite cru refrigerado também tem alguns requisitos físicos e químicos regidos pela Instrução Normativa nº 62 de dezembro de 2011 e Decreto número 9013 de março de 2017 que dispõe do Regulamento da Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal-RIISPOA, seguindo os critérios físico químicos do leite cru refrigerado como pode ser observada nas tabelas comparativas 1 e 2 abaixo [1,7].

Tabela 1: Características físico-químicos do leite cru refrigerado segundo a IN 62-2011 e RIISPOA

Requisitos	Limites IN 62-2011	Limites RIISPOA
Matéria gorda, g /100 g	Teor original, com o mínimo de 3,0 %	Teor original, com o mínimo de 3,0 %
Extrato seco desengordurado, g/100	8,4%	8,4 %
Proteínas, g /100g	2,9 (mínimo)	2,9 (mínimo)
Lactose	-----	4,3%
Sólidos não gordurosos	8,4 %	8,4%
Sólidos Totais	11,4%	11,4%
Crioscopia	-0,530 até -0,550 Hº	-0,530 até -0,555 Hº

Fonte: Instrução Normativa nº 62 de Dezembro de 2011, Decreto número 9013 de março de 2017 que dispõe do Regulamento da Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal-RIISPOA

2.3 Análises Físico-Químicas Obrigatórias do Leite Cru Refrigerado

O leite de qualidade tem sua avaliação feita por meio de parâmetros físico-químicos obrigatórias como a estabilidade ao alizarol, acidez titulável, densidade relativa, índice crioscópico, de composição (gordura, proteína, extrato seco desengordurado, extrato seco total) e por padrões higiênico-sanitários (contagem total bacteriana, contagem de células somáticas, detecção de resíduos de antibióticos) [46].

No que se diz respeito à temperatura, o ideal é a conservação a 4°C, recomendando-se desta forma que o leite esteja a essa temperatura a, no máximo, 3 horas após a ordenha. No momento da coleta admite-se, no máximo 7°C, devendo chegar à indústria ou posto de recebimento com temperatura de, no máximo 10°C [7].

Leite de conjunto de produtores, quando do seu recebimento no estabelecimento beneficiador (para cada compartimento do tanque), deve –se avaliar: temperatura; teste do álcool/alizarol (verificar acidez) na concentração mínima de 72% v/v; acidez titulável Dornic para verificação da acidez; índice crioscópico; densidade relativa, a 15/15°C para verificar adição de água; teor de gordura; pesquisa de fosfatase alcalina (quando a matéria-prima for proveniente de usina e ou fábrica); pesquisa de peroxidase (quando a matéria-prima for proveniente de usina e ou fábrica); ambas enzimas do leite para avaliação térmica, % de Sólidos Totais e

Sólidos Não Gordurosos; pesquisa de neutralizantes da acidez(Hidróxido de Sódio, Bicarbonato de sódio) , reconstituintes da densidade(Sal, Amido, Açúcar, álcool, ureia) e pesquisa de agentes inibidores do crescimento microbiano(Peroxido de hidrogênio, formol, cloro, hipoclorito, ácido bórico e antibióticos) [7].

No Brasil, no ano de 2007, foi descoberto um esquema de alteração do leite em indústrias de Minas Gerais. Uma fórmula calculada por químicos contendo substâncias conservantes, neutralizantes e reconstituintes, soro de queijo e água era adicionada ao leite [16]. As fraudes comumente praticadas no leite são o aumento de volume, a adição de reconstituintes da densidade (soro em pó, maltodextrina, amido entre outros), neutralizantes da acidez e substâncias conservantes [17].

2.4 Acidez

Para avaliação da acidez previamente ao recebimento para beneficiamento, na propriedade, faz-se o teste de alizarol, que indica o estado de conservação do leite, pois o aumento da acidez pode ocorrer devido a produção de ácido láctico, um indicador da degradação da lactose por microrganismos. O leite apresenta, em condições adequadas, coloração rosa a lilás e sem coagulação, estando aí com acidez normal considerado um leite estável conforme o padrão exigido pela legislação atual (pH de 6,8 a 6,6) [18].

A solução de alizarol é a mistura de álcool e alizarina, sendo este último um indicador de pH. Este teste é para avaliação térmica do produto, ou seja, a estabilidade das micelas de caseína, onde os resultados podem ser estável, instável ou com adulterantes. Os resultados são interpretados da seguinte maneira: leite estável- leite coloração vermelho tijolo (róseo-salmão), sem apresentar grumos; leite instável- formação de grumos, coloração amarela; leite com adulterante, coloração violeta (roxo) [19].

Para análise da acidez, também se faz a análise de acidez titulável pelo método Dornic através do acidímetro de Dornic Geber, na indústria, onde se tem um resultado quantitativo mais exato da amostra de leite analisada. Consiste na titulação de determinado volume de leite por uma solução alcalina de concentração conhecida, utilizando como indicador a fenolftaleína [20].

2.5 Densidade e Crioscopia do leite

A densidade do leite está envolvida na definição da qualidade do leite, uma vez que tal procedimento torna capaz a descoberta de fraudes no leite, como a adição de água ou a desnatação prévia do produto. Os valores da densidade devem estar entre 1,028 a 1034 g/cm³, que são definidos pelo termolactodensímetro, um tipo especial de densímetro, devendo ser feita a correção da análise caso a amostra não esteja a 15°C [21].

O termolactodensímetro é um instrumento destinado a medir a densidade do leite. A escala varia de 15 a 40 graus Quevenne com divisão de 1 Quevenne. A escala de temperatura no caso de termolactodensímetro varia de 0 a 50°C, com divisão de 1°C, onde é utilizada uma tabela modelo para correção para 15 °C [22].

A densidade é a relação entre a massa e o volume de uma substância, estando diretamente ligada à composição do leite [23]. A densidade abaixo dos padrões permitido pela legislação atual indica adição de água no leite, estando diretamente ligado à composição do leite, contudo, esse parâmetro depende da relação entre o conteúdo de gordura e de sólidos não gordurosos, uma vez que a gordura do leite tem a densidade menor do que a água, enquanto que os sólidos não gordurosos têm a densidade maior. O teste indicará, claramente, alteração da densidade, somente quando houver a adição de mais que 5 a 10% de água no leite. Densidade acima do normal pode ter como causa o desnate ou ainda, adição de produtos corretivos (fraudes) ao leite [24].

O índice crioscópico é utilizado, também, para identificar a adulteração no leite por adição de água, sendo uma ele uma propriedade físico-química que define a temperatura de congelamento das substâncias. A temperatura de congelamento do leite é relativa à concentração dos componentes que formam o extrato seco, sendo, portanto, o índice crioscópico do leite inferior ao da água pura, que é de 0°C. Estando o leite em condições normais, sem adulteração, o índice crioscópico se encontra entre -0,512°C e -0,531°C. Caso esteja adulterado, esse índice se aproxima a temperatura de congelamento da água [25,26].

Falando particularmente em leite, o crioscópio permite determinar a quantidade de água contida em uma amostra de leite. Julius Hortvet foi pioneiro na utilização do ponto de congelamento como análise qualitativa do leite. Em seus

estudos, no início deste século, chegou à conclusão de que 7% e 10% de sacarose congelavam em $-0,422^{\circ}\text{C}$ e $-0,621^{\circ}\text{C}$ respectivamente. Estudos posteriores mediram essas temperaturas com maior precisão chegando aos valores $-0,408^{\circ}\text{C}$ e $-0,600^{\circ}\text{C}$. No entanto, a essa altura os valores de Hortvet já haviam criado um padrão para crioscopia de leite, sendo adotados internacionalmente. Felizmente esse fato não gerou problemas, desde que as medidas da quantidade de água adicionada ao leite são relativas (não absolutas), ou seja, se a escala utilizada for a mesma (Celsius, Hortvet ou qualquer outra), os valores sempre serão consistentes. [27].

2.6 Composição

Segundo a IN 62 o teor mínimo de gordura no leite integral existente deve ser de 3%, podendo esse valor ser influenciado por diversos fatores como a raça do animal, o período de lactação, alimentação, dentre outros.

A análise do teor de gordura só é possível de ser realizada no laboratório de recepção pelo uso de técnicas rápidas, com equipamentos eletrônicos analisadores de leite, por ultrassom ou pelo uso de técnicas tradicionais, como o método de Gerber, utilizando o butirômetro e centrifuga [22].

2.7 Extrato Seco Total e Desengordurado

A utilização de instrumento apropriado permite determinar o teor de extrato seco total por meio dos valores de densidade e do teor de gordura, utilizando o Equipamento disco de Ackermann. A determinação do extrato seco total deve ajustar-se as graduações dos círculos interno e médio, correspondentes a densidade corrigida e a porcentagem de gordura. A posição da seta indicará no círculo externo a porcentagem de extrato seco total. A porcentagem de extrato seco total poderá ser também calculada através das seguintes fórmulas:

Fórmula de Fleishmann: $\% \text{ extrato seco} = 1,2 G + 2,665 [(100 D - 100)/D]$

Fórmula Prática: $\% \text{ extrato seco} = G/5 + D/4 + G + 0,26$. Onde: D = densidade; G = % gordura.

Determinação do extrato seco desengordurado: Obtém-se a porcentagem de extrato seco desengordurado, subtraindo da porcentagem de extrato seco total a porcentagem de gordura da amostra [4].

2.8 Conservantes

Na intenção de inibir o crescimento microbiano, alguns agentes inibidores e conservantes, de origem química, são adicionados no leite, de forma fraudulenta, retardando o crescimento de microrganismos ou a ação de enzimas, aumentando o tempo de conservação do leite. Os principais aditivos, neste caso, são formaldeído, água oxigenada, ácido bórico, ácido salicílico, hipocloritos e cloraminas, ácido benzoico e bissulfitos [23].

Para detectar tais avarias, a Instrução Normativa Nº 68 do MAPA (2006) descreve métodos qualitativos oficiais. Tem-se a necessidade de fazer um ensaio específico para cada um dos elementos contaminantes suspeitos [4].

O cloro e o hipoclorito são os princípios ativos mais comumente utilizados na higienização de instalações e equipamentos em propriedades leiteiras e laticínios devido a sua alta eficácia e baixo custo. Sua baixa estabilidade na presença de matéria orgânica, nesse caso o leite, pode dificultar a detecção destes resíduos acidentais ou adicionados de forma fraudulenta e também limitar a ação conservante dessas substâncias [56]. Na prova do iogurte, avalia-se a inibição de culturas específicas: *Lactobacillus bulgaricus* e *Lactococcus thermophilus* [22].

No Ano de 2013, o Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA), em conjunto com o Ministério Público do Rio Grande do Sul, desencadeou a Operação Leite Compensado com o objetivo de coibir a fraude no leite cru que era realizada por um grupo de transportadores do interior do Rio Grande do Sul com adição de água e ureia agrícola.

A ureia agrícola é um fertilizante utilizado para fornecer nitrogênio às plantas, sendo utilizado no processo de fabricação da ureia, um produto que possui formol em sua composição [28]. No ano 2014 foi deflagrada a chamada Operação Leite adulterado I e II no estado de Santa Catarina, e a III envolvendo os estados de Santa Catarina e Rio grande do Sul, com o objetivo de investigar e punir os envolvidos em adulteração de leite [29].

O formaldeído e o peróxido de hidrogênio são utilizados, recorrentemente, em fraudes de leite que visam inibir a atividade microbiana [30]. A consumo de formol causa imediata e intensa dor na cavidade oral e faringe; dores abdominais com náuseas, vômitos e possível perda de consciência. Podem ser observados sintomas como proteinúria, acidose, hematemesis, hematúria, anúria, desmaio, coma e morte por falência respiratória [30].

A partir de julho de 2004, a Agência Internacional para Pesquisa em Câncer – IARC, classificou este composto como carcinogênico (Grupo 1), tumorogênico e teratogênico por produzir efeitos na reprodução em humanos [31]. O Instituto Nacional do Câncer (INCA) caracteriza o formaldeído como sendo um gás produzido mundialmente, em grande escala, a partir do metanol. É também conhecido como formalina, metil aldeído, metileno glicol, óxido de metileno, metanal, formalida 40, morbicida, formalite, aldeído fórmico, Yde, Ivalon, Karsan, Lysoform, oxometano, oximetileno e em sua forma líquida (misturado à água e álcool) é chamado de formalina ou formol [32].

2.9 Neutralizantes de Acidez

Com o intuito de mascarar a acidez, substâncias neutralizantes são adicionadas, desta forma o leite ácido não é detectado por métodos convencionais. É importante lembrar que mesmo corrigida a acidez em virtude da degradação da lactose, o processo não é revertido, continuando o produto inutilizável para obtenção de derivados de boa qualidade [4].

O objetivo da análise de neutralizantes de acidez é verificar a presença de substâncias alcalinas capazes de reduzir a acidez do leite. A presença dessas substâncias caracteriza fraude no leite, onde temos dois agentes que representam os neutralizantes: hidróxido de sódio(soda) e bicarbonato de sódio [11].

Durante o processo fermentativo do leite, as bactérias lácticas fermentam a lactose, com produção de ácido láctico e outros compostos. Este ácido láctico é responsável pelo aumento da acidez do leite, processo que não pode ser reduzido ou eliminado, a não ser por agentes neutralizantes. Mas o uso destas substâncias não é permitido para o leite *in natura* de acordo com a legislação brasileira [22].

A adição fraudulenta de neutralizantes como o bicarbonato de sódio ou o hidróxido de sódio visa ocultar a elevação da acidez Dornic do leite à níveis acima dos permitidos pela legislação. Uma vez que o resultado da acidez Dornic deriva das reações entre componentes ácidos e alcalinos presentes no leite, e não da concentração real de ácido láctico, este pode ser adulterado pela adição de substâncias alcalinas que se ligam ao ácido láctico presente no leite, neutralizando-o [33].

2.10 Reconstituintes da Densidade

Trata-se da adição de substâncias como álcool etílico, cloreto de sódio e amido, os quais são adicionados no leite com a intenção de aumentar o teor de sólidos ou de mascarar fraude por aguagem [34]. Diversas fraudes têm sido reportadas na literatura, com destaque para a adição de água, que é adicionada ao leite com o principal intuito de aumentar o volume produzido, porém, além de lesar o consumidor economicamente, por fornecer um produto de qualidade inferior à declarada, a adulteração do leite pode representar risco à saúde, pois com o intuito de mascarar a água, produtores adicionam os reconstituintes da densidade [35].

2.11 Resíduos de Antibióticos

Os principais grupos de antimicrobianos utilizados no rebanho leiteiro nacional são: beta-lactâmicos, tetraciclina, aminoglicosídeos, macrolídeos e as sulfonamidas [36]. O período de carência de um medicamento pode ser definido como o intervalo de tempo necessário para que a substância administrada ao animal ou seus metabólitos atinjam na carne e no leite valores iguais ou inferiores aos limites máximos de resíduos (LMR) estabelecidos pela legislação. Durante esse período, portanto, o leite deverá ser descartado [66].

A pesquisa de antibióticos deve ser realizada pela indústria na recepção do leite cru, conforme prevê a legislação [7].

O uso difundido de antibióticos pelos produtores e médicos veterinários no tratamento de doenças infecciosas de vacas leiteiras, principalmente nas mastites, e a utilização de drogas na alimentação animal, como suplemento de dietas, têm contribuído para a presença de resíduos de antimicrobianos no leite [37].

A alta prevalência de resíduos de antimicrobianos no leite fica claramente demonstrado nos prejuízos na produção de derivados lácteos, por diminuição no rendimento de laticínios, além de ocasionar danos à saúde pública. Estes fatos mostram que há necessidade de uma reestruturação na política de pagamento por qualidade e no controle de qualidade do leite, logo que, o não pagamento desestimula o produtor a melhorar a qualidade do seu produto, ficando fora dos padrões exigidos pelas legislações vigentes, e também, sendo prejudicial à saúde pública [38].

2.12 Leite Ultra Alta temperature (UAT) ou Ultra High Temperature (UHT)

O leite UHT foi introduzido no Brasil em 1972, porém, sua expansão de vendas ocorreu a partir de 1990. A qualidade da matéria-prima e os gargalos tecnológicos relacionados à falta de estabilidade térmica têm dificultado a elevação da qualidade dos produtos e o aumento do shelf-life (tempo de validade).

Após a implementação do plano real, houve aumento no consumo de produtos lácteos em geral, principalmente de leite UHT. O expressivo crescimento ocorreu, principalmente, devido à redução de preços destes produtos e o conseqüente aumento de poder de compra do consumidor. Além de preço mais acessível, o crescimento do consumo de leite UHT, da ordem de 340% no período de julho de 1994 a março de 1997, também deveu-se ao fato de cada vez mais o consumidor procurar produtos que ofereçam maior comodidade [39].

De acordo com o conteúdo da matéria gorda, o leite UHT (UAT) classifica-se em: Leite UHT (UAT) integral, Leite UHT (UAT) semidesnatado ou parcialmente desnatado, Leite UHT (UAT) desnatado. Aos leites UHT (UAT) integral, semidesnatado ou parcialmente desnatado ou desnatado, de acordo com a classificação, poderão ser acrescentadas as expressões longa vida e/ou homogeneizado. São aceitos o uso dos seguintes estabilizantes: citrato de sódio, monofosfato de sódio, difosfato de sódio, trifosfato de sódio, separados ou em combinação, em uma quantidade não superior a 0.1 g/100 ml. Não é permitido a utilização de qualquer tipo de conservantes [9].

No tratamento UHT, o objetivo é maximizar a destruição de microrganismos com o mínimo de alterações químicas ao produto. São utilizados dois métodos alternativos de tratamento UHT: direto ou indireto. No aquecimento UHT direto, o

vapor é brevemente injetado no produto e imediatamente submetido a resfriamento rápido. A brevidade do tratamento faz com que seja possível obter um produto de altíssima qualidade. No entanto, o processo requer um consumo de energia relativamente alto em comparação com o tratamento UHT indireto. Com o aquecimento indireto, o produto não entra em contato direto com a fonte de calor; ele é aquecido por meio de trocadores de calor [40].

A eficiência do processo UHT depende da sua temperatura de estocagem e do método de tratamento térmico utilizado. O leite ultrapasteurizado pelo processo de aquecimento direto (injeção direta de vapor no leite) torna-se instável e forma um gel quando estocado por algumas semanas em temperatura ambiente, sendo que permanece estável por um longo tempo quando estocado em temperatura de refrigeração. A homogeneização do leite após o tratamento térmico poderá ser responsável por um leve aumento da viscosidade, devido à quebra dos glóbulos de gordura e formação de subunidades com maior capacidade de hidratação, podendo apresentar volumes maiores que os originais [41].

Tabela 2: Parâmetros de qualidade do leite UHT

Requisitos	Leite Integral	Leite Semi ou Parcialmente Desnatado	Leite Desnatado	Métodos de Análises
Matéria Gorda %	Mín 3,0	0,6 a 2,9	Máx de 0,5	FIL 1C 1987
Acidez g Ac.lático\100 mL	0,14 a 0,18	0,14 a 0,18	0,14 a 0,18	AOAC 15 ^o ed 947.05
Estabilidade ao Etanol	Estável	Estável	Estável	FIL 48 1969

Fonte: BRASIL, 1997.

De acordo com as normas da RDC Nº 12, da Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), o leite UHT, quando colhido no ponto de comercialização, e após incubação em embalagem fechada a 35-37°C durante sete dias, não deve conter microrganismos patogênicos e causadores de alterações físicas, químicas e organolépticas [42].

O tratamento térmico empregado no processo UHT utiliza temperaturas superiores às da pasteurização, embora promova pequenas alterações nas propriedades sensoriais e nutritivas do leite. De acordo com alguns pesquisadores, a

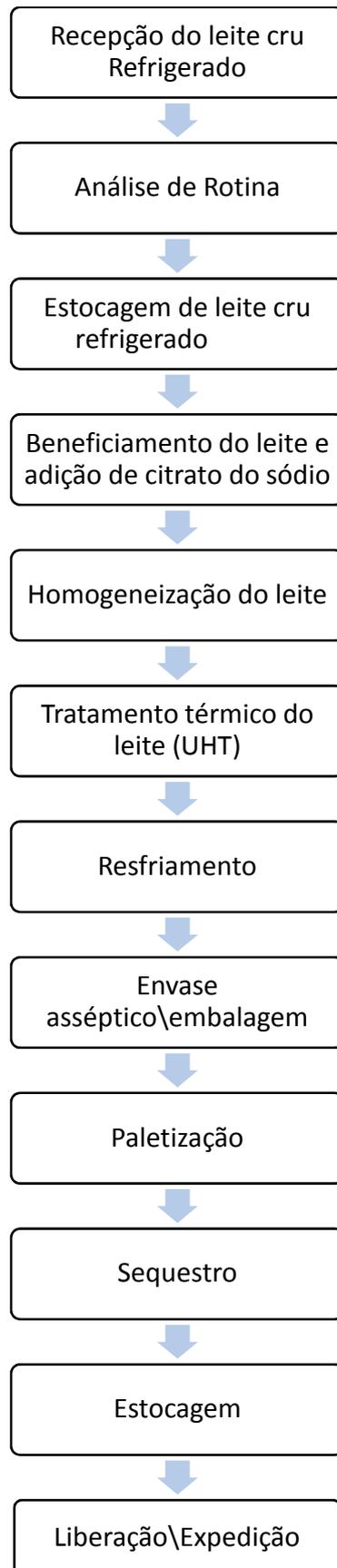
pequena redução no valor nutritivo, principalmente de vitaminas, como a vitamina C, vitamina B12, ácido fólico e vitamina B6 é muito influenciada pelas condições de estocagem do produto. O valor nutritivo não é comprometido quando o produto é acondicionado em embalagens hermeticamente fechadas, isentas de oxigênio e opacas [43].

A obtenção de leite UHT envolve elevados custos de produção e, por este motivo, justificam-se os grandes volumes de matérias-primas trabalhados neste tipo de processo. As etapas de fabricação visam, sobretudo, garantir a qualidade microbiológica do produto e possibilitar maior período de estocagem do mesmo, sem a necessidade de refrigeração. A seguir, será apresentado o fluxograma do processo de fabricação do leite UHT e a descrição do mesmo [44].

O leite produzido nas fazendas é refrigerado e transportado em caminhões tanques isotérmicos para a indústria de laticínios, onde a matéria-prima é pesada e são coletadas amostras para análises qualitativas de rotina. Tais análises buscam verificar a qualidade do leite recebido, baseando-se em parâmetros legais e especificações de qualidade internas permitindo, ou não, a recepção pela usina e possibilitando a seleção adequada para os derivados [44].

O processo de beneficiamento tem como principal objetivo eliminar impurezas por meio da clarificação e padronizar o teor de gordura de acordo com o produto em questão. É nesta fase também, que o leite recebe a adição de citrato de sódio. Trata-se de um sal orgânico estabilizante que ajuda a manter a estabilidade das proteínas do leite durante o tratamento térmico UHT. O estabilizante reduz a precipitação dos sais de cálcio e evita a desnaturação das proteínas do leite durante o tratamento térmico, diminuindo deposição nas paredes do trocador de calor, possibilitando maiores períodos de processamento [44].

A matéria-prima previamente tratada pode ser armazenada por um pequeno período de tempo em tanques de estocagem específicos ou pode seguir para a fase de homogeneização. A passagem do leite pelo homogeneizador visa promover a quebra dos glóbulos de gordura em uma emulsão, evitando a separação da mesma e proporcionando um produto de melhor viscosidade e textura. O leite já homogeneizado recebe então o tratamento térmico Ultra High Temperature, que consiste no aquecimento contínuo e indireto onde o leite troca calor com uma

Figura 1: Fluxograma do processo de fabricação do leite UHT

superfície de permutação de calor que separa o produto do meio de aquecimento (vapor ou água quente) [44].

Os trocadores de calor são tubulares. O aquecimento ocorre até a temperatura de 130°C – 150°C durante 2 - 4 segundos e, em seguida, o leite é resfriado de forma indireta, até a temperatura de 32°C. O leite que foi resfriado a 32°C segue, então, para o sistema de envase asséptico. Os equipamentos de envase consistem em sistemas completos, que oferecem todo ambiente asséptico necessário à obtenção de um produto estéril. Hoje, o mercado oferece vários modelos de equipamentos, variando a capacidade e as funcionalidades de cada um deles [44].

3. Objetivo geral

O objetivo deste trabalho foi verificar a presença de substâncias estranhas (Fraude), através das análises: alizarol, acidez Dornic, densidade e presença de formaldeído.

3.1 Objetivo Específico

- Determinar a Prevalência em porcentagem de ocorrências de fraudes.
- Verificar à qualidade do leite comercializado na região.
- Identificar Possíveis riscos à saúde pública.

4. MATERIAIS E MÉTODOS

Dentre o universo de marcas disponíveis para os consumidores, nos supermercados do município de Ji-Paraná, estado de Rondônia, foram adquiridas nove marcas para a realização deste estudo.

Destas nove marcas, que foram denominadas amostras de leite UHT, referem-se à caixas de 1 (um) litro de UHT integral. De cada marca, foram utilizadas seis caixas de leite UHT (1 L) de lotes de fabricação distintos, caracterizando, assim seis repetições, totalizando cinquenta e quatro amostras analisadas entre os meses de novembro de 2016 a abril de 2017.

As análises foram realizadas no laboratório de Análises de Alimentos e Tecnologia de Produtos de Origem Animal do Hospital Veterinário do Centro Universitário Luterano de Ji-Paraná-RO.

As amostras, após as devidas identificações, foram analisadas semanalmente, quanto aos parâmetros de acidez titulável, alizarol, densidade a 15°C e formaldeído, utilizando-se as alíquotas em triplicata.

Para a determinação da acidez titulável em graus Dornic, que consiste na titulação de determinado volume de leite por uma solução alcalina de concentração conhecida, utilizou-se como indicador a fenolftaleína. Foram utilizados um acidímetro de Dornic, béquer, pipetas graduadas de 10 mL, solução Dornic (Hidróxido de Sódio 0,111 mol/L) e 10 mL de leite com adição de 4 a 5 gotas de fenolftaleína 1% (m/v) alcoólica neutralizada. As amostras foram tituladas com solução de hidróxido de sódio 0,1 N até a primeira coloração rosa forte persistente por aproximadamente 30 segundos, segundo a recomendação da Instrução Normativa nº 68 de 12 de dezembro de 2006 [4].

Outra forma de determinação da acidez avaliada, foi através da prova do alizarol, que consistiu na determinação rápida e aproximada da acidez do leite por colorimétrica [4]. Esta metodologia trata-se da combinação da prova do álcool com a determinação colorimétrica do pH, através do indicador alizarina, o que permite observar simultaneamente a variação de cor pela mudança de pH e a floculação da caseína [45]. Para a realização do teste, foram utilizados béquer de 10 mL, pipetas graduadas de 10 mL e álcool-alizarol 75%, misturando 2 mL da solução de álcool-alizarol à 2 mL de leite e homogeneizando. O resultado negativo consiste em observar, após a homogeneização da amostra, coloração vermelho-tijolo sem presença de

coagulação [46]. A coloração amarela com coagulação indica leite com acidez superior a 21°D e a coloração violeta, sem coagulação, leite alcalinizado ou fraudado com água [4,23].

Ainda, de acordo com a Instrução Normativa nº 68 de 12 de dezembro de 2006, para determinação da densidade a 15° C, colocou-se 500 mL de leite em uma proveta, evitando a incorporação de ar e formação de espuma, mergulhando, em seguida, o termolactodensímetro. Após o repouso de 1 a 2 minutos, a leitura da densidade foi efetuada ao nível do leite, e temperatura observada na escala superior do aparelho [4,45].

Para a determinação da presença de formol, conservante com ação antimicrobiana, foram utilizados béquer de 10 mL, pipetas graduadas de 10 mL, ácido sulfúrico a 50% e percloroeto de ferro a 2%. A técnica consistiu na mistura de 5 mL de leite em 2 mL de ácido sulfúrico e 1 mL de percloroeto de ferro, aquecendo a mistura até a ebulição e observando a presença de uma coloração roxa ou violácea, que representa positividade para formol, ou uma coloração amarela, que indica negatividade para a substância fraudulenta [23].

Os dados físico-químicos obtidos nas nove marcas de leite UHT foram avaliados pelo teste de Kruskal-Wallis ao nível de confiabilidade de 95%, utilizando o Software Action, Versão 3.3.2 de 2016.

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados obtidos através das análises físico-químicas de acidez titulável, alizarol, densidade a 15°C e formaldeído, descritos na Tabela 3 e 4, revelam que todas as amostras (marcas) apresentaram desconformidade em pelo menos um dos quesitos avaliados, conforme os valores de referência definidos pelo Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade do Leite Cru e Refrigerado [7], Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade do Leite UHT [9] e Regulamento de Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal – RIISPOA [1].

A acidez Dornic ($^{\circ}$ D), obteve média aritmética geral das amostras avaliadas de 18,16 $^{\circ}$ D (Tabela 3).

TABELA 03: Valores experimentais para acidez dornic em avaliação de 54 amostras de leite UHT integral comercializadas no município de Ji-Paraná, RO.

Analises Físico-químicas	Média Aritmética e desvio padrão	Valores Experimentais	Valores de Referência
Acidez ($^{\circ}$ D)	Amostra 1: 16,66 \pm 2,42		
	Amostra 2: 18,50 \pm 0,54		
	Amostra 3: 18,33 \pm 1,03		
	Amostra 4: \pm 18,7 0,44		
	Amostra 5:19,16 \pm 0,40	18,16*	0,14-0,18 $^{\circ}$ D (g ác. Láctico 100 mL) 1,2 e 3
	Amostra 6:17,00 \pm 0,89		
	Amostra 7:18,16 \pm 0,98		
	Amostra 8: 19,00 \pm 0,89		
	Amostra 9:18,16 \pm 1,16		

Legenda: * Média Aritmética, 1 Regulamento técnico de identidade e qualidade do leite cru refrigerado, 2 Regulamento Técnico do leite UHT(UAT), 3 Regulamento Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal.

Com o mesmo objetivo, Luiz e seus colaboradores [47], realizaram análise de 24 amostras de leite UHT comercializado em Foz do Iguaçu (PR), sendo que 100% das amostras de leite estavam em acordo com os parâmetros de acidez titulável estabelecidos pela legislação. Já as análises de Souza [48], realizadas no estado de Mato Grosso, revelaram que 148 amostras de leite UHT das 172 submetidas à titulação em graus Dornic estavam acima de 18 $^{\circ}$ D, evidenciando que a acidez ($^{\circ}$ D) elevada vem sendo observada em outras regiões do país. Quando se observa a média

aritmética de cada amostra avaliada e seus respectivos desvios padrões (Tabela 3), nota-se que 88,88% das amostras estavam em desconformidade com a legislação.

TABELA 04: Valores médios (média aritmética) e respectivos desvios padrões de acidez dornic de leite UHT integral de nove marcas comercializadas no município de Ji-Paraná-RO

Teste	A1	A2	A3	A4	A5	A6	A7	A8	A9
Acidez (°D)	17	19	17	19	19	17	17	20	18
	17	18	18	18	20	16	19	19	18
	18	18	18	18	19	18	19	20	19
	17	18	18	18	19	18	17	19	17
	19	19	19	18	19	16	19	18	17
	12	19	20	20	19	17	18	18	20
Total (%)	66,66 C	50 C	66,66 C	66,66 C	100 NC	100 C	50 C	66,66 C	66,66 C
	33,33 NC	50 NC	33,33 NC	33,33 NC			50 NC	33,33 NC	33,33 NC

Legenda: C- Conformidade, NC-Não Conforme

Ademais, as condições higiênicas e de refrigeração são fundamentais para a qualidade do leite, pois inibem o processo de acidificação exógena proveniente do desdobramento da lactose em ácidos, especialmente o ácido láctico, resultante da fermentação da lactose pelo metabolismo microbiano [49]. Sendo assim, uma acidez elevada é indício de contagem bacteriana alta anterior ao tratamento térmico (beneficiamentos), já que há microrganismos capazes de produzir enzimas termorresistentes que mantêm sua atividade mesmo após ao tratamento UAT – Ultra-Alta Temperatura [50].

Camara [51], em relação à acidez titulável, observou que 100% das amostras estavam de acordo com os parâmetros mínimos. A acidez é um importante parâmetro para avaliar o estado de conservação do leite, uma vez que leites com acidez fora dos padrões físico-químicos são considerados anormais e/ou impróprios para o consumo. À medida que a acidez do leite aumenta, indica o seu estado de envelhecimento. Valores superiores ou inferiores de acidez encontrados também podem ser devido às modificações da composição do leite, bem como a raça do animal, a individualidade, o colostro, o período de lactação e o processo de esterilização.

MORETTO et al. [52], informam, ainda, que a acidez titulável do leite pode ser influenciada de acordo com o seu teor de sais minerais, de proteínas, do volume do indicador adicionado e da tonalidade adotada como ponto de viragem na titulação da amostra, pelo analista. Resultados semelhantes são compartilhados por DOMARESKI et al. [53], baseados na análise de oito amostras de diferentes marcas de leite UHT integral, observaram que todas as amostras estavam de acordo com os parâmetros

mínimos. ROBIM et al. [54], baseados na avaliação de 58 amostras de várias marcas de leite UHT integral, verificaram que as médias dos resultados estavam de acordo com a legislação.

Na Tabela 04 estão os resultados referentes à acidez Dornic das marcas de leite UHT analisadas. Observa-se que existem marcas fora dos limites estabelecidos pelo decreto 9013 de março de 2017 e Instrução Normativa 62 de 2011. As amostras 5, 8 e 2, respectivamente em ordem decrescente, apresentaram resultados superiores aos demais grupos, seguidos pelo grupo 4 que não diferiu dos grupos 3, 7 e 9, enquanto que o grupo 6 foi o que apresentou o menor valor, não diferindo dos grupos 1 e 9 ($p \geq 0,05$).

Tabela 05: Resultado de Acidez dornic nas marcas de leite UHT avaliados, teste de Kruskal-Wallis

Marcas	Dornic
1	16,67 ± 2,42 cd
2	18,50 ± 0,55 ab
3	18,33 ± 1,03 abc
4	18,50 ± 0,84 ab
5	19,17 ± 0,41 a
6	17,00 ± 0,89 d
7	18,17 ± 0,98 bc
8	19,00 ± 0,89 ab
9	18,17 ± 1,17 bcd

Médias seguidas de letras iguais na coluna não diferem significativamente entre si ($p \geq 0,05$).

O alizarol é um teste indicador de acidez, auxiliando na diferenciação entre o desequilíbrio salino e a acidez excessiva [4]. Das amostras avaliadas, 96,29% estavam dentro do padrão, sendo estáveis e com coloração vermelho tijolo; enquanto 3,70% das amostras (Tabela 6), apesar de estáveis, apresentaram coloração lilás à violeta no teste, indicando a presença de adulterante no leite.

TABELA 06: Valores de acidez pelo teste do alizarol em amostras de leite UHT integral comercializadas no município de Ji-Paraná- RO.

Análise Físico-química	Valores Experimentais	Valores de Referência
Alizarol 72 %	96,29 % Estável	Estável ¹
	3,70% Estável com adulterante	

Legenda: 1- 1 Regulamento técnico de identidade e qualidade do leite cru refrigerado.

Nos estudos realizados por Luiz e COLABORADORES [55], somente 25% das marcas analisadas foram estáveis ao álcool 72%; entretanto, os resultados encontrados por Souza et al. [48], demonstraram que das 486 amostras analisadas, 35,4% eram instáveis ao álcool 72%.

Resultado semelhante ao deste estudo foi observado por Lima et al. [56], que, em pesquisa sobre análises físico-químicas de amostras de leite UHT integral comercializados no município de Morrinhos, GO, encontraram a estabilidade ao alizarol em todas as amostras analisadas.

TABELA 07: Valores para acidez alizarol de leite UHT integral comercializadas no município de Ji-Paraná-RO

Teste	A1	A2	A3	A4	A5	A6	A7	A8	A9
Alizarol	E	E	E	E	E	E	E	EA	E
	E	E	E	E	E	EA	E	E	E
	E	E	E	E	E	E	E	E	E
	E	E	E	E	E	E	E	E	E
	E	E	E	E	E	E	E	E	E
	E	E	E	E	E	E	E	E	E
Total (%)	100 C	83,33 C 16,66 NC	100 C	83,33 C 16,66NC	100 C				

Legenda: E- Estável, EA- Estável com Adulterante; C- Conforme; NC- Não Conforme

Além desses, Bersot et al. [47], em pesquisa sobre a avaliação físico-química de leites UHT integrais produzidos no estado do Paraná - Brasil, verificaram a estabilidade ao alizarol em todas as amostras avaliadas. Conforme a Tabela 8, na comparação de médias, dentre as marcas, não houve diferença.

Tabela 08: Resultado de Acidez Alizarol nas marcas de leite UHT avaliados, teste de Kruskal-Wallis

Marcas	Alizarol*	
	Estável	Estável com adulterante
1	5 a	0 a
2	5 a	0 a
3	5 a	0 a
4	5 a	0 a
5	5 a	0 a
6	4 a	1 a
7	5 a	0 a
8	4 a	1 a
9	5 a	0 a

*: Valores seguidos pela mesma letra, na coluna, não diferem entre si ($p \geq 0,05$)

Quanto ao teste de densidade a 15°C, a média aritmética foi de 1030,96 (Tabela 09), sendo que uma amostra apresentou densidade elevada e classificada como irregular para este parâmetro.

TABELA 09: Valores experimentais para acidez Dornic em leite UHT integral comercializadas no município de Ji-Paraná-RO.

Análise Físico-química	Média Aritmética e desvio padrão	Valores Experimentais	Valores de Referência
Densidade a 15 °C (Q⁹)	Amostra 1:1032,03 ± 1,06		
	Amostra 2:1029,75 ± 0,71		
	Amostra 3:1030,20 ± 2,06		
	Amostra 4:1032,76 ± 0,44		
	Amostra 5:1032,50 ± 0	1030,96*	1028-1034 ^{1, 3}
	Amostra 6:1029,90 ± 0,32		
	Amostra 7: 1030,21± 0,53		
	Amostra 8:1031,01 ± 0,78		
	Amostra 9:1030,30 ± 1,74		

Legenda: * Média Aritmética, 1 Regulamento técnico de identidade e qualidade do leite cru refrigerado), 3 Regulamento Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal.

Em relação ao parâmetro densidade, verificou-se a existência de diferenças significativas ($p < 0,05$) entre os valores experimentais encontrados nas diferentes amostras neste estudo (Tabela 12). Estes resultados corroboram com o obtido por Rosa [49] onde os valores para densidade nos comparativos entre amostras apresentaram diferenças significativas ($p < 0,05$). Entretanto, as diferenças constatadas neste parâmetro não caracterizam a existência de anormalidades nos valores encontrados, pois 100% das amostras atenderam à legislação.

Estes resultados coincidem com os obtidos por Robim [57] e Souza [48], os quais não encontraram nenhuma amostra abaixo de 1028. Também, Tamanini [58], ao avaliarem 33 amostras de leite UHT, apenas uma das amostras encontrava-se fora do padrão para densidade.

TABELA 10: Valores experimentais para densidade em leite UHT integral comercializadas no município de Ji-Paraná-RO.

Teste	A1	A2	A3	A4	A5	A6	A7	A8	A9
Densidad e a 15 °C (Q^o)	1031,5	1031,0	1031,9	1033	1032,5	1029,6	1030	1030,2	1030,6
	1031,5	1030,0	1031,9	1033	1032,5	1029,6	1031	1031,1	1029,6
	1032,5	1030,0	1028	1033	1032,5	1029,6	1030	1031,1	1030,4
	1031,5	1029,0	1027,2	1031,9	1032,5	1030,2	1030	1031,1	1030,9
	1034	1029,0	1031,1	1032,7	1032,5	1030,2	1030	1031,4	1029,9
	1031,2	1029,0	1031,1	1033	1032,5	1030,2	1030	1032,2	1030,4
Total (%)	100 C	100 C	83,33 C 16,66 NC	100 C	100 C	100 C	100 C	100 C	100 C

Legenda: E- Estável, EA- Estável com Adulterante; C- Conforme; NC- Não Conforme

Há diversas causas de variações da densidade que não afetam a qualidade do leite e são consideradas normais, como a composição do leite em relação ao teor de gordura, o valor proteico e a sua temperatura no momento da determinação. Na Tabela 10 estão sumarizados os resultados referentes à densidade do leite das marcas de leite UHT analisadas. Observa-se que todas as marcas estão dentro dos limites estabelecidos pelo decreto 9013 de março de 2017 e Instrução Normativa 62 de 2011. As marcas 4, 5 e 1, (Tabela 11) respectivamente em ordem decrescente, apresentaram resultados superiores aos demais grupos, seguidos pelo grupo 8, que não diferiu dos grupos 9, 7 e 3, enquanto que o grupo 2 foi o que apresentou o menor patamar, não diferindo dos grupos 6 e 7 ($p \geq 0,05$).

Tabela 11: Resultado de Densidade nas marcas de leite UHT avaliados, teste de Kruskal-Wallis

Marcas	Densidade a 15 °C (Q ^o)
1	1032,03 ± 1,06 a
2	1029,75 ± 0,71 d
3	1030,20 ± 2,06 bc
4	1032,77 ± 0,44 a
5	1032,50 ± 0,00 a
6	1029,90 ± 0,33 cd
7	1030,22 ± 0,53 bcd
8	1031,02 ± 0,78 b
9	1030,97 ± 1,75 bc

Médias com letras iguais não diferem significativamente entre si ($p \geq 0,05$).

Dentre as causas anormais de variação da densidade, pode-se destacar as fraudes por reconstituição e presença de soro ou água [59]. Em relação à densidade a 15° C, Camara [46] observou uma variação de 1029 a 1031 g/mL, sendo que a IN

nº 62/2011, estabelece a densidade entre 1028 a 1034 g/mL para o leite cru refrigerado. Behmer relata que na determinação da densidade deve-se levar em consideração a temperatura, pois a mesma tem influência notável no volume do corpo, aumentando ou diminuindo o denominador.

Robim et al. [57], analisando a densidade a 15 °C de 58 amostras de diferentes marcas de leite UHT integral, observaram resultados similares aos deste estudo, com média de 1029 a 1030 g/mL. Da mesma forma, Domareski et al [55], verificando a densidade a 15 °C de oito amostras de várias marcas de leite UHT integral, observaram variações de 1028 a 1029 g/mL. Bersot et al. [47], em pesquisa sobre a avaliação físico-química de leites UHT integrais produzidos no estado do Paraná – Brasil verificaram que 2,7% das amostras apresentaram densidade a 15 °C abaixo de 1028 g/mL, valor próximo ao do presente estudo.

Sobre a avaliação da presença de formaldeído, 4 de 54 amostras, correspondente a 7,40% foram positivas para a presença do conservante (Tabela 12).

TABELA 12: Valores experimentais para formaldeído em leite UHT integral comercializadas no município de Ji-Paraná, RO.

Análise Físico-química	Valores Experimentais	Valores de Referência
Formaldeído	92,59 % Negativo	Negativo ¹ e ³
	7,40% Positivo	

Legenda: 1- Regulamento técnico de identidade e qualidade do leite cru refrigerado, 3- Regulamento de Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal.

Fernandes e Maricato [60], analisaram 50 amostras de leite cru proveniente de um laticínio em Bicas (MG) e observaram que em 100% delas não houve detecção de formol. Da mesma forma, Rosa [47], não identificaram a presença do conservante nas doze amostras de leite UHT de diferentes marcas comercializadas em Erechim (RS). Os mesmos autores explicam que a adição de conservantes, embora proibida, é realizada com a finalidade de mascarar a qualidade higiênico-sanitária do leite, eliminando microrganismos e aumentando a vida útil do produto e ainda a adição de ureia que possui formol na sua composição e relatam que a adição de solutos alcalinos para prolongar a conservação ou diminuir a acidez do leite, como bicarbonatos, formol, ácido bórico, peróxido de hidrogênio, bicromato de potássio,

hipocloritos e ácido salicílico, apesar de fraude, têm sido empregados como método de conservação. Na Tabela 13 mostra os valores experimentais das marcas analisadas.

TABELA 13: Valores experimentais para formaldeído em de leite UHT integral comercializadas no município de Ji-Paraná-RO.

Teste	A1	A2	A3	A4	A5	A6	A7	A8	A9
Formaldeído	N	N	N	N	N	N	N	N	N
	N	N	P	N	N	N	N	N	N
	N	N	N	N	N	N	N	N	N
	N	N	N	N	N	N	N	N	N
	N	N	N	N	N	N	N	N	N
	P	N	P	P	N	N	N	N	N
Total (%)	83,33 C	100 C	66,66 C 33,33 NC	83,33 C	100 C				

Legenda: Negativo; P- Positivo; C- Conforme, NC-Não Conforme.

Souza [61], pesquisando a presença de conservantes em 100 amostras de leites UHT produzidos em seis estados brasileiros (Paraná, Rio Grande do Sul, São Paulo, Minas gerais, Rio de Janeiro e Goiás) detectaram a presença de formaldeído em 44 (44,0%) das amostras, seguido de peróxido de hidrogênio em 30 (30,0%) e cloro em 12 (12,0%) das amostras analisadas. Já, Correa [62], analisou 11 Amostras (Marcas) de Leite UHT, e encontrou 100% das amostras em conformidade com a Legislação.

Tabela 14: Resultado de formaldeído nas marcas de leite UHT avaliados, teste de Kruskal-Wallis

Marcas	Formaldeído	
	Positivo	Negativo
1	4 a	1 a
2	5 a	0 a
3	4 a	1 a
4	4 a	1 a
5	5 a	0 a
6	5 a	0 a
7	5 a	0 a
8	5 a	0 a
9	5 a	0 a

*: Valores seguidos pela mesma letra, na coluna, não diferem entre si ($p \geq 0,05$)

6. CONCLUSÃO

As análises físico-químicas empregadas sob as diferentes amostras de leite UHT integral comercializadas no município de Ji-Paraná (RO), mostra-se dentro dos padrões exigidos pela legislação, os indicadores utilizados se mostraram eficazes e de fácil execução, os resultados indicaram que as marcas avaliadas não apresentam riscos à saúde do consumidor.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Brasil. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Decreto nº 9.013 de 29 de março de 2017. Regulamenta a Lei nº 1.283, de 18 de dezembro de 1950, e a Lei nº 7.889, de 23 de novembro de 1989, que dispõem sobre o Regulamento da Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal. Diário Oficial da União, Brasília, DF, p. 3, 30/03/2017. Seção 1.
2. Brasil. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Decreto nº 9.013 de 29 de março de 2017. Regulamenta a Lei nº 1.283, de 18 de dezembro de 1950, e a Lei nº 7.889, de 23 de novembro de 1989, que dispõem sobre o Regulamento da Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal. Diário Oficial da União, Brasília, DF, p. 3, 30/03/2017. Seção 1. Capítulo III-Art. 256.
3. Tombini, H., et al. Consumo de leite de vaca entre agricultores. Alimentos e Nutrição Araraquara. v. 23, n. 2, p. 267-274, abr./jun 2012.
4. Brasil. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Secretaria de Defesa Agropecuária. Instrução Normativa nº 68 de 12 de dezembro de 2006. Métodos Analíticos Oficiais Físico-Químicos para Controle de Leite e Produtos Lácteos, em conformidade com o anexo desta Instrução Normativa, determinando que sejam utilizados nos Laboratórios Nacionais Agropecuários. Diário Oficial da União, Brasília, DF, p.8, 14/12/2006. Seção 1.
5. Silva, M. C. D, et al. Caracterização microbiológica e físico-química de leite pasteurizado destinado ao programa do leite no Estado de Alagoas. Revista Ciência e Tecnologia de Alimentos. Campinas, v. 28, n. 1, p. 226-230, 2008.
6. Montanhini, M. T. M.; HEIN, K.K. Qualidade do leite cru comercializado informalmente no município de Piraí do Sul, estado do Paraná, Brasil. Revista Instituto Laticínios Cândido Tostes. Juiz de Fora, v. 68, n. 393, p. 10-14, jul/ago., 2013.
7. Brasil. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº 62 de 29 de dezembro de 2011. Aprova o Regulamento Técnico de Produção, Identidade e Qualidade do Leite tipo A, o Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade de Leite Cru Refrigerado, o Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade de Leite Pasteurizado e o Regulamento Técnico da Coleta de Leite Cru Refrigerado e seu Transporte a Granel. Diário Oficial da União, Brasília, DF, p.6-11, 30/12/2011. Seção 1.
8. Tamanini, R., et al. Contribuição ao Estudo da qualidade microbiológica e físico-química do leite UHT. Revista do Instituto de Laticínios Cândido Tostes. v. 66, n. 382, p. 27-33, 2011.

9. Brasil. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Portaria nº 370 de 04 de setembro de 1997. Norma para a Inclusão do Citrato de Sódio no Regulamento Técnico para Fixação de Identidade e Qualidade do Leite UHT. Diário Oficial da União, Brasília, DF, p.19700, 08/09/1997. Seção 1.
10. Silva, D. G, et al. Qualidade do leite UHT comercializado na cidade de Itaquí-RS. In: Salão internacional de ensino, pesquisa e extensão, 2016. Anais do Salão Internacional de Ensino, Pesquisa e Extensão. v. 8, n. 2, 2016.
11. Castanheira.G.C.A. Controle de Qualidade de Leite e Derivados. 2º Edição. São Paulo-SP: Cap-lab; 2012. 368 p.
12. Brasil. Portaria INMETRO nº 220, de 23 de julho de 2009, Autoridade Brasileira de Monitoramento da Conformidade aos Princípios das Boas Práticas de Laboratório Brasília, DF.
13. Valsechi, O. A. Tecnologia de Produtos Agrícolas de Origem Animal: o leite e seus derivados. Universidade Federal de São Carlos, Araras – São Paulo: 2001.
14. Rezer, A. P. S. Avaliação da Qualidade Microbiológica e Físico-Química do leite UHT integral comercializado no Rio Grande do Sul. 2010, 73 f. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) – Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria.
15. Milani, Marcell P. Qualidade do leite em diferentes sistemas de produção, anos e estações climáticas no Noroeste do Rio Grande do Sul. 2011. 67 f. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal de Santa Maria. Santa Maria, 2011.
16. Sgarbieri, V, C. Propriedades fisiológicas-funcionais das proteínas do soro de leite. Revista de Nutrição, Campinas, 2008.
17. Tronco, V.M. Manual para inspeção da qualidade do leite. Santa Maria: Editora UFSM, 3º ed., p. 203. 2008.
18. Perosa.D. Controle de Qualidade de Leite e Derivados. 2º Edição. São Paulo-SP: Cap-lab; 2012. 368 p.
19. Lovato, B. F. Estudo da Qualidade do Leite In Natura Recebido pela Usina Escola de Laticínios da UFSM. Trabalho de conclusão de curso. Universidade Federal de Santa Maria. Santa Maria, Rio Grande do Sul, 2013.
20. Incoterm. Instruções de uso para lacto-Densímetro. INCOTERM-Indústrias de Termômetros. Porto Alegre-RS.2008.
21. Biasi.T.I Controle de Qualidade de Leite e Derivados. 2º Edição. São Paulo-SP: Cap-lab; 2012. 368 p.

22. Cerqueira, M. M. O. P. Qualidade da água e seu impacto na qualidade microbiológica do leite. Revista Leite Integral, Belo Horizonte, v. 7, p.54- 61, fev./mar. 2007.
23. Costa, F. A.; cavalcanti, J. E. A.; mendes, F. F.; Bueno, N. P.; Toyoshima, S. H. Diagnóstico Socioeconômico da Região do Circuito do Queijo. Belo Horizonte: SEBRAE/FUNARBE, 2008.
24. Laboratório nacional agropecuário – LANAGRO/RS. Disponível em: http://www.agricultura.gov.br/arq_editor/file/Aniamal/Laborat%C3%B3rios/Metodos%20IQA/POA/Leite%20e%20Produtos%20Lacteos/MET%20POA%2010%2001%20Crioscopia%20leite%20fluido.pdf. Acesso em: 19/09/2017.
25. Beloti, V.; Rios, E. A.; Silva, M. R.; Tamaninl, R.; Yamada, A. K.; Silva, L. C. C. da. Determinação do parâmetro de crioscopia para leite UHT. Semina: Ciências Agrárias. v. 36, n. 5, p. 3181-3188. Londrina, set./out. 2015.
26. Pzl EQUIPAMENTOS. Manual de operação de Crioscópio PZL 900. Revisão 1.0. Londrina-PR. 2011. PZL Engenharia.
27. Cords, B. R.; Dychdala, G. R.; Richter, F. L. Cleaning and Sanitizing in Milk Production and Processing. In: Applied dairy microbiology. MARTH, E. H.; STEELE, J. L. 2.ed. New York: Marcel Dekker, 2001, p. 547-587.
28. Grizotti, G. Ministério Público faz operação contra adulteração de leite no RS. 2013. Disponível em: . Acesso em: 27 de Setembro de 2017.
29. Mapa. Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento, 2014. Disponível em: <http://www.agricultura.gov.br/animal/noticias/2014/08/operacao-leiteadulterado-i-e-ii>.
30. Rosa-Campo, A. A., rocha, J. E. S., borgo, L. A., mendonça, M. A. Avaliação Físico-química e Pesquisa de Fraudes em Leite Pasteurizado Integral tipo C Produzido na Região de Brasília, Distrito Federal. DF, 2011.
31. Informe Técnico, ANVISA, 2013. Disponível em: http://portal.anvisa.gov.br/documents/33916/388729/Informe%2BT%25C3%25A9cnico%2B53_risco%2Bde%2Bureia%2Be%2Bformol%2Bno%2Bleite.pdf/49915d61-509a-4782-a45c-2f1a5e7117f0.
32. Inca Instituto Nacional do Câncer - Ministério da Saúde. In: Formol ou Formaldeído. Disponível em: http://www1.inca.gov.br/conteudo_view.asp?id=795. Acesso em: 26 de setembro, 2016.
33. Milagres, M.P. Desenvolvimento de metodologia analítica para determinação da concentração real de ácido láctico em leite por cromatografia líquida de alta eficiência – exclusão de íons. 2008. Dissertação (mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) Universidade Federal de Viçosa, Viçosa-MG. 2008.

34. Silva.G.J, ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS DO LEITE BOVINO CRU E DO LEITE PASTEURIZADO INTEGRAL BENEFICIADO EM UM LATICÍNIO NO MUNICÍPIO DE ANGICOS-RN. Universidade Federal Rural do Semiárido. ANGICOS-RN 2013.
35. Sharma, K.; PARADAKAR, M. The melamine adulteration scandal. Food Security, n.2, p. 97-107, 2010.
36. Santos, M. V.; FONSECA, L. F. L. Estratégias para controle de mastite e melhoria da qualidade do leite. São Paulo: Manole. 2007. 314P.
37. Palermo-neto, J. Resíduos de substâncias químicas em alimentos de origem animal. In: SPPINOSA, H. S.; GÓRNIK, S. L.; PALERMO-NETO, J. Toxicologia aplicada à Medicina Veterinária. São Paulo: Manole, 2008. p. 783-814.
38. Toaldo, I.M.; GAMBA; G.Z.; ,PICININ, L.A.; , RUBENSAM, G.; HOFF, R.; BORDIGNON-LUIZ, M. Multiclass analysis of antibacterial residues in milk using RP-liquid chromatography with photodiode array and fluorescence detection and tandem mass spectrometer confirmation. Talanta 99: 616–624, 2012.
39. Gasparotto, P. H. G. ; Cardoso, A. ; Ramos, R. S. ; Oliveira, D. B. ; Baldo, T. F. P. ; Rocha, C. S. ; Baier, F. ; Muniz, I. M.. RESÍDUOS DE ANTIMICROBIANOS EM LEITE CRU REFRIGERADO NA REGIÃO CENTRAL DO ESTADO DE RONDÔNIA COM VISTAS À SAÚDE PÚBLICA.XII CONGRESSO INTERNACIONAL DO LEITE, 2013, PORTO VELHO. XII CONGRESSO ONTERNACIONAL DO LEITE, 2013.
40. Silva.P.H.F. Leite UHT: Fatores determinantes para sedimentação e gelificação. Instituto Cândido Tostes. Juiz de Fora-MG.
41. Bonacina, M. S. et al. Rev. Inst. Laticínios Cândido Tostes, Juiz de Fora, v. 70, n. 4, p. 216-225, jul/ago, 2015
42. Tetra Pak UltraFresh. Disponível em: <
<http://www.tetrapak.com/br/processing/uht-treatment> Acesso em: 28 Setembro 2017.
43. Cunha.M.F REVISÃO: LEITE UHT E O FENÔMENO DE GELATINIZAÇÃO. Universidade de Ijuí (UNIJUÍ), Campus Santa Rosa (RS),2001.
44. Mucidas.H.J. Aplicação do Controle Estatístico do Processo no Envase de Leite UHT em uma Indústria de Laticínios. Universidade Federal de Juiz de Fora. Juiz de Fora,2010.
45. Tronco, V.M. Manual para inspeção da qualidade do leite. Santa Maria: Editora UFSM, 3º ed., p. 203. 2008.

46. Camara, F. A. & weschenfelder, S. et al. LEITE UHT INTEGRAL: AVALIAÇÃO DA ROTULAGEM NUTRICIONAL E DOS PADRÕES DE IDENTIDADE E QUALIDADE. Rev. Inst. Laticínios Cândido Tostes, Juiz de Fora, v. 69, n. 4, p. 268-279, jul./ago., 2014.
47. Bersot, L. S. et. al. Avaliação microbiológica e físico-química de leites UHT produzidos no Estado do Paraná – Brasil. Ciências de Alimentos. Londrina, v. 31, n. 3, p. 645 a 652, jul./set. 2010.
48. Souza, H. P. M., et al. Ocorrência do leite instável não ácido (LINA) na região norte do Mato Grosso. Revista Ciência e Tecnologia de Alimento, Juiz de Fora, v. 71, n. 1, p. 38-42, 2016.
49. Rosa, L. S., et al. Avaliação da qualidade físico-química do leite ultra pasteurizado comercializado no município de Erechim - RS. Vigilância Sanitária em Debate: Sociedade, Ciência & Tecnologia. v. 3, n. 2, p. 99-107, 2015.
50. Nömberg, M. F. B. L. et al. Bactérias psicotróficas e atividade proteolítica no leite cru refrigerado. *Acta Scientiae Veterinariae*. v. 37, n. 2, p. 157-163, 2009.
51. Fernandes, V. G., maricato, E. Análises físico-químicas de amostras de leite cru de laticínios em Bicas – MG. Rev. Inst. Laticínios Cândido Tostes. v. 65, n. 375, p. 3-10, jul./ago. 2010
52. Moretto, E. et al. Introdução à ciência de alimentos. 2. ed. ampliada e revisada. Florianópolis: UFSC, 2008. 255p.
53. Domareski, J. L. et al. Avaliação físicoquímica e microbiológica do leite UHT comercializado em três países do Mercosul (Brasil, Argentina e Paraguai). Archivos Latinoamericanos de Nutrición, v. 60, n. 3, p. 261-269, 2010.
54. Robim, M. S. et al. Pesquisa de fraude no leite UAT integral comercializado no estado do Rio de Janeiro e comparação entre os métodos de análises físico-químicas oficiais e o método de ultrassom. Instituto de Laticínios Cândido Tostes, v. 67, n. 389, p. 43-50, 2012.
55. Domareski, J. L. et al. Avaliação físicoquímica e microbiológica do leite UHT comercializado em três países do Mercosul (Brasil, Argentina e Paraguai). Archivos Latinoamericanos de Nutrición, v. 60, n. 3, p. 261-269, 2010.
56. Lima, A. R. do. C. Estudo de rótulos de leite fermentado comercializados no município de João Pessoa – PB. Revista Verde de Agroecologia e Desenvolvimento Sustentável, v. 7, n. 1, p. 15-18, 2012.
57. ROBIM, MS. Avaliação de diferentes marcas de leite UAT comercializadas no Estado do Rio de Janeiro e o efeito da fraude por aguçagem na fabricação, composição e

- análise sensorial de iogurte [dissertação]. Niterói: Universidade Federal Fluminense; 2011.
58. Tamanini, R. et al. Contribuição ao estudo da qualidade microbiológica e físico-química do leite UHT. *Revista do Instituto de Laticínios Cândido Tostes*, v. 66, n. 382, p. 27-33, 2011.
 59. Mendes, C. G. et al. Análises Físico-químicas e pesquisa de fraude no leite informal comercializado no município de Mossoró, RN. *Ciência Animal Brasileira*. v. 11, n. 2, p. 349-356, abr./jun. 2010.
 60. Fernandes, V. G., MARICATO, E. Análises físico-químicas de amostras de leite cru de laticínios em Bicas – MG. *Rev. Inst. Laticínios Cândido Tostes*. v. 65, n. 375, p. 3-10, jul./ago. 2010.
 61. Souza AHP, Katsuda M K, Dias LF. Avaliação físico-química do leite UHT e pasteurizado comercializado na cidade de Londrina – Pr. *rev Bras Pesq Alim*. 2010;(1)1:39-42.
 62. Correa.T.F, Campos.S.A.S. Presença de antibióticos, conservantes e reconstituintes em leite UHT e pasteurizado. *Demetra*; 2015; pag 289-298; Minas Gerais.