

ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS E TESTES DE FRAUDES EM LEITE PASTEURIZADO INTEGRAL NO DISTRITO FEDERAL.

Luiz Antonio Borgo ✉
Carla Teles Magóga
Andréia Alves Rosa-Campos
Universidade de Brasília. Brasília-DF.

Juliana Evangelista da Silva Rocha
Embrapa Caprinos e Ovinos. Sobral-CE.

✉ borgo@unb.br

RESUMO

O leite é um alimento com excepcional potencialidade para o uso na alimentação humana, pois representa uma fonte de nutrientes fundamentais para o organismo, além de fonte protéica de elevado valor biológico. Porém, para fazer parte de uma dieta saudável, é imprescindível que se apresente íntegro, ausente de qualquer substância nociva e sinais de degradação. O estudo foi realizado em dez marcas de leite pasteurizado integral, comercializados no Distrito Federal. Avaliaram-se as características físico-químicas de acidez, gordura, densidade, extrato seco total, extrato seco desengordurado, crioscopia, estabilidade ao etanol, pesquisa da atividade das enzimas fosfatase

e peroxidase, além de fraudes por adição de substâncias como amido, uréia, formol, sacarose, peróxido de hidrogênio, hipocloritos e bicarbonatos. O trabalho foi analisado estatisticamente por blocos casualizados em arranjo de parcela subdividida 10x2. Os dados foram analisados pela variância entre marcas e entre lotes distintos para avaliar o efeito destes sobre a qualidade do produto, e pelo teste de Tukey a 5% de probabilidade pelo programa Sanest®. Também foi realizado teste de correção simples entre as variáveis paramétricas analisadas. Os resultados demonstraram que houve variações para todos os parâmetros do leite, o que comprova a ausência de normas rigorosas para garantia da qualidade e integridade do produto destinado ao consumo.

Palavras-Chave: Qualidade. Integridade. Segurança.

ABSTRACT

Milk is a food with exceptional potential for use in food, as it represents a fundamental source of nutrients for the body, as well as protein source of high biological value. But to be part of a healthy diet, it is imperative to present full, absent of any harmful substance and signs of degradation. The study was conducted in ten brands of pasteurized milk, marketed in the Federal District. They are the physical and chemical characteristics of acidity, fat, density, total dry extract, dry extract defatted, crioscopia, stability to ethanol, search the activity of enzymes and peroxidase phos-

phatase, and fraud by the addition of substances such as starch, urea, formalin, sucrose, hydrogen peroxide, hypochlorites and bicarbonates. The study was statistically analyzed by randomized blocks array of plot subdivided into 10x2, and data analysis was done by analysis of variance between brands and between different batches to assess the effect of these on the quality of the product, and by Tukey test a 5% probability by the program Sanest. It was also performed a test for simple correlation between variables parametric analyzed. The results showed that variations occur in all parameters of milk, with suggest therefore that all brands do not follow strict rules to guarantee the quality and integrity of the product intended for consumption.

Keywords: Quality. Integrity. Security.

INTRODUÇÃO

O leite bovino é um alimento complexo, proveniente da secreção das glândulas mamárias dos mamíferos, constituído por uma emulsão de gorduras em água estabilizada por uma dispersão coloidal de proteínas, principalmente caseína, globulina e albumina, em solução de sais, glicídeos (basicamente lactose), peptídeos, vitaminas e outros componentes menores. Sua composição varia ainda em função da raça do animal, idade, alimentação (BOBBIO, 1992).

O leite de vaca contém cerca de 87,3% de água e 12,7% de sólidos totais. Destes sólidos, 3,9% representam gorduras ou lipídeos e 8,8% de sólidos não gordurosos. Estes por sua vez, representam 3,25% de proteínas, 4,6% de lactose e 0,65% de cinzas (WALSTRA & JENNES, 1984).

O controle de qualidade tem início desde a produção da matéria-prima,

a partir de animais com certificação sanitária e nutricional e manejo adequado. As etapas da ordenha e resfriamento do leite na fase anterior ao transporte para indústria também devem ser monitoradas, quando se desejam elevados padrões de qualidade aos produtos (GOMES; LEITE E CARNEIRO, 2001).

Os modelos tradicionais de controle de qualidade são baseados na avaliação de conformidade do produto final (PORTUGAL, 2002). Os maiores entraves, porém, são a possibilidade de modificação na integridade do alimento, custo relativamente elevado de análise e amostragem, dispersão dos micro-organismos de maneira desuniforme no alimento e maior rejeição quanto aos alimentos avaliados apenas no produto acabado (BASTOS, 1999).

As verificações compreendem a qualidades higiênicas e a inocuidade (ausência de agentes físicos, químicos ou biológicos), composicional (teores de água, gordura, proteína, lactose, vitaminas e minerais correspondentes à própria natureza do produto), nutricional (fonte de elevada biodisponibilidade de proteínas e polipeptídios, carboidratos, lipídeos, além do ácido butírico, ácido linoleico conjugado, ácido esteárico, vitaminas A, B₂, B₁₂ e D e minerais como cálcio, magnésio e fósforo), sensorial (combinação de cor, sabor, odor e aparência característicos) e tecnológica (aspectos de processamento, transformação, armazenagem e distribuição). Torna-se viável, assim, atuar na redução de riscos preventivamente, em detrimento do controle dos produtos acabados (BRITO E DIAS, 1998).

Os testes aplicados na análise do leite visam a verificação das suas condições para utilização pela indústria e consumo humano, já que o consumidor exige cada vez mais aspectos de qualidade e sanidade dos alimentos (BRITO E DIAS, 1998).

A preocupação quanto à inocuidade deve ser uma questão primeiramente de saúde pública e sustentabilidade da cadeia alimentar, e não para simplesmente satisfazer as exigências do comércio mundial (BERTHIER, 2007).

Em face das recentes discussões relacionadas a fraudes em produtos lácteos, o presente estudo torna-se de grande relevância para a apreciação da qualidade do leite fornecido ao consumidor, atentando especialmente para análises do leite pasteurizado, por ser o mais consumido.

MATERIAL E MÉTODOS

O experimento foi conduzido no Laboratório de Análise de Alimentos da Faculdade de Agronomia e Medicina Veterinária da Universidade de Brasília, Brasil.

As análises foram realizadas em dez amostras de leite pasteurizado tipo “C” comercializadas no Distrito Federal, em dois lotes distintos, correspondentes aos meses de abril e maio. Todos os testes foram feitos em triplicata, a fim de permitir maior confiabilidade nos resultados.

As características físico-químicas de acidez Dornic, gordura, densidade, extrato seco total e desengordurado, crioscopia, estabilidade ao álcool, amido, uréia, formol, sacarose, peróxido de hidrogênio, hipocloritos, alizarol, bicarbonatos, proteínas, fosfatase e peroxidase foram analisadas conforme metodologia adotada pelo Instituto Adolfo Lutz (IAL, 2005). A caseína foi analisada segundo os métodos oficiais de análise (AOAC, 1990) e demais orientações de acordo com a Instrução Normativa nº 68 de 12 de dezembro de 2006, da Secretaria de Defesa Agropecuária do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (BRASIL, 2006).

O ensaio estatístico foi realizado em delineamento de blocos casualizados em arranjo de parcela subdividida (10 x 2), sendo a parcela

formada pelos dois períodos (lotes) de avaliação e a subparcela pelos tratamentos (dez marcas). Foram utilizadas três repetições e uma amostra por repetição.

As análises de variância (teste de frequência) para cada parâmetro, assim como a comparação das médias pelo teste de Tukey ao nível de 5% de significância (GOMES, 1978), foram efetuadas pelo *software* SANEST, de autoria de Zonta e Machado (1995). Foram realizadas análises de correlação simples entre todas as variáveis paramétricas avaliadas, baseando-se na significância de seus coeficientes, ao nível de 5% de probabilidade.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Segundo a legislação, admite-se como normal o leite integral pasteurizado que apresente parâmetros físico-químicos de acidez titulável entre 14°D e 18°D, teor mínimo de 3,0% de gordura, densidade a 15° C de 1,028m/ml a 1,033g/ml, extrato seco total (EST) e extrato seco desengordurado (ESD) de, no mínimo 11,2% e 8,2%, respectivamente, peroxidase ativa e fosfatase inativa, e resultado negativo na prova do álcool, ou seja, ausência de coagulação (BRASIL, 1997).

As amostras foram analisadas entre lotes, dentro da mesma marca e, entre marcas, dentro do mesmo lote. As análises que apresentaram padrões divergentes ao aceito pela legislação encontram-se especificadas na tabela 1, para as diferentes marcas e entre os dois lotes avaliados.

Tendo em vista que as análises de rotina podem apresentar resultados imprecisos, a legislação considera como leite anormal, ou condenado por fraude, aquele que apresente fora do padrão no mínimo três provas de rotina ou uma de rotina e uma de precisão, como a determinação do índice crioscópico (BRASIL, 1980).

Convém, portanto, ressaltar que as marcas A e C correspondentes ao lote 1 e B, C, D, H e I referentes ao lote 2, seriam condenadas como leite anormal.

No lote 1, a marca A apresentou alcalinidade e teores reduzidos de gordura, ESD e proteína, podendo induzir a uma fraude por remoção de parte do conteúdo de gordura ou por adição de água, o que dilui os constituintes do leite e provoca a redução da acidez e dos níveis de gordura, extrato seco desengordurado e proteína.

A marca C demonstrou baixa porcentagem de EST, ESD e proteína, além de menor valor de crioscopia, o que permite supor aguagem do leite pela supressão do ponto de congelamento e diminuição do resíduo seco da amostra.

No lote 2, a marca B dispôs de alcalinidade, presença de sacarose e redução do nível de proteína e caseína, os quais configuram possível fraude com substituição de parte do volume de leite por soro, conforme diminuição do teor protéico, caseínico e de acidez, concomitante à correção da densidade e crioscopia com utilização de sacarose.

A marca C apresentou coagulação no teste de estabilidade, presença de sacarose e baixo conteúdo proteico, o que pode induzir uma acidez corrigida pela redução do teor proteico com adição de água, já que a desestabilização das micelas de proteína ocorre em acidez excessiva, e reconstituição da densidade e ponto de congelamento com a sacarose.

A marca D produziu maior densidade, presença de sacarose e menor teor de caseína, reproduzindo indício de aplicação de soro para aumento do volume de leite e uso de sacarose, representando o aumento da densidade.

A marca H deteve presença de sacarose e menor teor de caseína, permitindo supor fraude semelhante à marca D, mas com uso de sacarose

em proporção eficaz para correção da densidade, além de inativação da enzima peroxidase pela aplicação de temperatura excessiva no processo de pasteurização.

A marca I apresentou alcalinidade, baixo índice crioscópico e proteico, o que sugere fraude com adição de água, presença de sacarose, justificada como reconstituinte da densidade, e peroxidase inativa, pela submissão do leite ao tratamento térmico inadequado.

Foram feitas análises de correlação linear (Pearson) entre todas as variáveis paramétricas avaliadas, baseando-se na significância de seus coeficientes. A classificação da correlação para $p \leq 0,05$ determina as intensidades muito forte ($r \pm 0,91$ a $\pm 1,00$), forte ($r \pm 0,71$ a $\pm 0,90$), média ($r \pm 0,51$ a $\pm 0,70$) e fraca ($r \pm 0,31$ a $\pm 0,50$).

Baseando-se na classificação da intensidade de correlação, contata-se, conforme a tabela 2, que não houve correlação muito forte para os parâmetros analisados.

A acidez correlacionou-se fortemente com o teor de proteína, assim o leite com acidez titulável elevada tende a apresentar teor superior de proteína, em função da acidez aparente. Também foi observada forte correlação entre EST e ESD, significativos a 5% de probabilidade, ou seja, quanto maior o teor de EST, maior o valor de ESD da amostra.

A acidez correlacionou-se medianamente com a densidade, como ocorreu também entre a densidade e a proteína, ambos significativos a 5% de probabilidade. Quando a densidade diminui, o grau de acidez tende a apresentar valores menores, pelo fator de diluição dos constituintes do leite. O mesmo ocorre entre valores de densidade menor e menor teor proteico da amostra, já que a proteína é o constituinte de maior peso específico no leite.

A correlação entre a gordura e a caseína foi fraca, porém significativa e de maneira inversamente propor-

Tabela 1 - Testes de acidez, gordura, densidade, EST, ESD, crioscopia, estabilidade, sacarose, peroxidase, proteína e caseína, em desconformidade com os parâmetros estabelecidos pela legislação, nas dez marcas de leite avaliadas.

Marcas/Testes	Acidez		Gordura		Densidade		EST		ESD		Crioscopia		Estabilidade		Sacarose		Peroxidase		Proteína		Caseína		
	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	
A	Alcalino		Inferior						Inferior						Presente				Inferior		Inferior		
B	Alcalino														Presente				Inferior		Inferior		Inferior
C							Inferior		Inferior		Inferior		Coagulação		Presente				Inferior		Inferior		
D					Superior										Presente		Presente						Inferior
E					Superior										Presente								
F			Inferior								Inferior												
G															Presente								
H															Presente		Presente		Inativa		Inferior		Inferior
I	Alcalino										Inferior		Inferior		Presente				Inativa		Inferior		
J																							Inferior

Tabela 2 - Matriz de correlação linear para os parâmetros de Acidez, Gordura, Densidade, EST, ESD, Crioscopia, Proteína e Caseína, referentes às marcas de leite analisadas.

Correlação	Gordura	Densidade	EST	ESD	Crioscopia	Proteína	Caseína
Acidez	0.072	0.589*	0.136	0.140	0.292*	0.741*	0.085
Gordura		0.060	0.459*	-0.006	0.045	-0.108	-0.343*
Densidade			0.179	0.184	0.308*	0.610*	-0.137
EST				0.865*	0.141	-0.003	-0.181
ESD					0.116	0.087	-0.032
Crioscopia						0.076	-0.045
Proteína							0.158

*Significativo ao nível de 5% de probabilidade.

cional. Coeficientes negativos representam correlação inversa, ou seja, o aumento de um parâmetro determina a redução do outro. No caso do teste realizado, a determinação da caseína é feita pela subtração do teor de gordura do leite, o que indica que quanto maior a porcentagem de gordura, menor o valor de caseína esperado.

Todas as demais correlações foram fracas, apesar de significativas entre acidez x crioscopia, densidade x crioscopia e gordura x EST. Índices crioscópicos menores, ou mais próximos de zero, produzem menor aci-

dez aparente, em função da diluição dos componentes do leite, da mesma forma que conduz a um menor valor de densidade. O leite com alta taxa de gordura tende a apresentar maior teor de extrato seco total, já que a medida de EST leva em consideração o percentual de gordura.

Portanto, a partir dessas análises, conclui-se que existem variações para todos os parâmetros do leite, entre lotes da mesma marca, e entre marcas do mesmo lote.

Quanto aos lotes, no lote 1 apenas a marca B não apresentou qualquer di-

vergência com relação aos parâmetros estabelecidos. No lote 2, as marcas G e J também não demonstraram irregularidades.

Com relação às marcas, a C apresentou maior quantidade de parâmetros em discordância com a legislação (oito, no total), seguida das marcas A (cinco), B (cinco), J (cinco), H (cinco), D (quatro), E (dois), F (dois), I (dois) e G (um). Assim, pode-se verificar que todas as marcas apresentaram algum fator divergente do preconizado para o produto íntegro.

De acordo com Gonzalez *et al.* (2001), do total de 59 amostras de leite pasteurizado integral, 75,64% das análises conferiram ao menos um parâmetro com valores fora do recomendado, principalmente com relação a baixos valores para extrato seco, elevado índice crioscópico e, em menor grau, baixa densidade, além de alterações nos níveis de acidez, gordura e enzimas peroxidase e fosfatase.

Segundo Ferreira *et al.* (2006), a partir da análise de 30 amostras de leite pasteurizado integral, 40% apenas atenderam a legislação vigente, com maior frequência para valores inferiores aos mínimos estabelecidos, em escala decrescente, para EST, ESD, índice crioscópico, densidade, gordura e acidez.

Em contraponto, para Garrido *et al.* (1996) somente 4,3% das amostras demonstraram irregularidades quanto às características físico-químicas. Por outro lado, Santos *et al.* (1999), encontraram 25% de amostras em desacordo com os padrões físico-químicos.

Zocche *et al.* (2002) observaram 12,5% das amostras com acidez acima do permitido para o leite pasteurizado integral, enquanto que, neste trabalho, quatro marcas (40% das amostras) apresentaram valores inferiores ao estabelecido.

Duas amostras (20%) conferiram valor de densidade superior ao preconizado pela legislação vigente, diferente de Nader Filho *et al.* (1997), que encontrou apenas 2,5% das amostras fora dos padrões e de Zocche *et al.* (2002), em 75% das amostras.

Quanto aos índices de gordura, duas amostras (20%) estavam abaixo dos padrões aceitos, semelhantes à Nader Filho *et al.* (1997), que observou 5% em desacordo com a legislação vigente.

Três amostras (30%) apresentaram índices crioscópicos diferentes do estabelecido pela legislação. Padilha *et al.* (1999) encontraram adição de

água em 62,1% de amostras de leite, e Zocche *et al.* (2002), em 37,5% das análises.

Sobre os índices de EST e ESD, apenas uma marca (10%) revelou valor inferior. Nader Filho *et al.* (1997), obtiveram 5% e 3,7% das amostras fora dos padrões para esses parâmetros, respectivamente.

Foi encontrado por Zocche *et al.* (2002) 30% do total de 12 amostras de leite com peroxidase negativa, sendo no presente estudo correspondente a 20% das marcas analisadas.

CONCLUSÃO

Conclui-se que a maioria das marcas apresentou alguma adversidade, pois apresentaram três ou mais divergências nos testes efetuados, ou ainda crioscopia diferente do padrão preconizado juntamente com outra análise, ao menos, em desacordo com a legislação. As demais marcas, apesar de não alcançarem o quantitativo de irregularidades suficiente para serem condenadas como leite adulterado, apresentaram, em pelo menos um dos lotes avaliados, algum indicativo de fraude.

Dessa forma, apreende-se que as análises físico-químicas e testes de fraudes em leite devem configurar uma prática frequente em laticínios que primem pela credibilidade da sua marca e, principalmente, pela qualidade do produto oferecido ao consumidor.

REFERÊNCIAS

AOAC. 1990. **Official methods of Analysis of AOAC International** (15th ed.). Arlington, Virginia, USA.

BASTOS, M. do S. R. Leite longa vida UHT: Aspectos do processamento e identificação dos pontos críticos de controle. **Rev. Hig. Alimentar**, v.13, n.66/67, p. 32-36, nov./dez., 1999.

BERTHIER, F. M. **Ferramentas de gestão da segurança de alimen-**

tos: APPCC e ISO 22000: uma revisão. Monografia (especialização) – Universidade de Brasília. Brasília, 2007. 28f. Print-out.

BOBBIO, P. A.; BOBBIO, F. O. **Química do processamento de alimentos.** 2 ed., São Paulo. Varela, 1992.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. **Regulamento da inspeção industrial e sanitária de produtos de origem animal.** Brasília: MA, 1980.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Portaria nº 370, de 4 de setembro de 1997. Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade do Leite UHT (UAT). **D.O.U.**, Brasília, 8 set. 1997. Seção 1.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. **Instrução Normativa nº. 68**, de 12 de dezembro de 2006. Secretaria de Defesa Agropecuária. Disponível em: <http://extranet.agricultura.gov.br/sislegis-consulta/consultarLegislacao.do?operacao=visualizar&id=17472>. Acesso: novembro/2011.

BRITO, J. R. F.; DIAS, J. C. **A qualidade do leite.** Juiz de Fora: EMBRAPA, 1998. 98p.

FERREIRA, L. M. *et al.* **Avaliação da qualidade físico-química de leite pasteurizado tipo C integral comercializado na cidade de Jaboticabal-SP.** Universidade Estadual Paulista, UNESP, 2006.

GARRIDO, N. S. *et al.* Condições físico-químicas e higiênicossanitárias do leite pasteurizado tipo “C” e “B” e “integral” comercializados na Região de Ribeirão Preto-SP. **Rev. do Inst. Adolfo Lutz**, v. 56, n. 2, p. 65-70, 1996.

GOMES, A. T.; LEITE, J. L. B.; CARNEIRO, A. V. **O agronegócio do leite no Brasil.** Juiz de Fora: Embrapa Gado de Leite, 2001. 262p.

GOMES, F. P. **Curso de Estatística Experimental.** 8.ed. São Paulo: Nobel, 1978. 430p.

GONZALEZ, H. L. *et al.* **Avaliação físico-química do leite pasteurizado integral comercializado na região sul do Rio Grande do**

- Sul.** In: ZOOTEC'2001, 2001, Goiânia. Anais da Zootec'2001. p.96.
- INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz: Métodos químicos e físicos para análise de alimentos.** 4 ed. São Paulo: Imprensa Oficial do Estado de São Paulo, 2005, 1018p.
- NADER FILHO, A. et al. Características microbiológicas do leite pasteurizado tipo “integral”, processado por algumas mini e micro-usinas de beneficiamento do Estado de São Paulo. **Rev. Hig. Alimentar**, São Paulo, v. 11, n. 50, p. 21-23, 1997.
- PADILHA, M. R. F.; FERNANDEZ, Z. F.; PADILHA, M. R. F. Avaliação higiênicossanitária do leite tipo “C” comercializados no Recife-PE. **Rev. Hig. Alimentar**, São Paulo, v.13, n.61, p. 105-109, 1999.
- PORTUGAL, J. A. B. **Segurança alimentar na cadeia do leite.** Juiz de Fora: EMBRAPA, 2002.
- SANTOS, C. C. M. et al. Avaliação microbiológica e físico-química do leite pasteurizado e comercializado a região de São José do Rio Preto-SP. **Rev. do Instituto Adolfo Lutz**, São Paulo, v. 58, n.1, p. 85-89, 1999.
- WALSTRA, P. & JENNES, R. **Dairy chemistry and physics.** John Wiley & Sons, New York, 1984. 423p.
- ZOCHE, F. et al. Qualidade microbiológica e físico-química do leite pasteurizado produzido na Região Oeste do Paraná. **Archives of Veterinary Science**, Curitiba, v.7, n. 2, p. 59-67, 2002.
- ZONTA, E. P., MACHADO, A. A. **Sistema de análises estatísticas (SANEST) para microcomputadores.** In: Simpósio de estatística aplicada à experimentação, Piracicaba, 1995. Resumos... Campinas: Fundação Cargill, 1995. P.17-18. ❖



Manual de Avaliação de Riscos de Pesticidas em Pescado.

A Autoridade Europeia de Inocuidade de Alimentos (“European Food Safety Authority - EFSA”) publicou uma revisão de um manual de avaliação de riscos causados por pesticidas em organismos aquáticos (tais como peixes, anfíbios, invertebrados e plantas aquáticas). O manual desenvolvido pelo Painel de Proteção de Produtos Vegetais e seus Resíduos (“EFSA’s Panel on Plant Protection Products and their Residues - PPR”), descreve métodos para a avaliação dos impactos da exposição de pesticidas sobre organismos aquáticos, visando aprimorar a avaliação de riscos e processo decisório com referência à introdução de novos pesticidas no mercado. O documento substitui o manual publicado em 2002. (O Inspetor do Pescado)

