



**UNIVERSIDADE  
ESTADUAL DO  
MARANHÃO**

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DO MARANHÃO  
CENTRO DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS - CCA  
MESTRADO EM CIÊNCIA ANIMAL**



**CARACTERÍSTICAS FÍSICO – QUÍMICAS DO LEITE E PRODUTOS LÁCTEOS  
PRODUZIDOS E COMERCIALIZADOS PELA ASSOCIAÇÃO DOS PRODUTORES  
DE LEITE NO MUNICÍPIO DE CODÓ – MA.**

**SÃO LUÍS – MA**

**2020**

**ALINE BARBOSA DE OLIVEIRA**

**CARACTERÍSTICAS FÍSICO – QUÍMICAS DO LEITE E PRODUTOS LÁCTEOS  
PRODUZIDOS E COMERCIALIZADOS PELA ASSOCIAÇÃO DOS PRODUTORES  
DE LEITE NO MUNICÍPIO DE CODÓ – MA.**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência Animal da Universidade Estadual do Maranhão - UEMA, como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Ciência Animal.

**Área de Concentração:** Medicina  
Veterinária Preventiva

**Orientadora:** Prof. Dra. Francisca Neide  
Costa

SÃO LUÍS – MA

2020

**ALINE BARBOSA DE OLIVEIRA**

**CARACTERÍSTICAS FÍSICO – QUÍMICAS DO LEITE E PRODUTOS LÁCTEOS  
PRODUZIDOS E COMERCIALIZADOS PELA ASSOCIAÇÃO DOS PRODUTORES  
DE LEITE NO MUNICÍPIO DE CODÓ – MA.**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência Animal da Universidade Estadual do Maranhão - UEMA, como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Ciência Animal.

**Área de Concentração:** Medicina  
Veterinária Preventiva

Dissertação defendida e aprovada em: \_\_\_\_/\_\_\_\_/\_\_\_\_ pela banca examinadora composta pelos seguintes membros:

**BANCA EXAMINADORA**

---

Prof. Dr. Arlan Silva Freitas

**1º membro**

---

Professora Dra. Viviane Correa Silva Coimbra

**2º membro**

---

Professora Dra. Francisca Neide Costa

**Orientadora**

A Nosso Senhor e Nossa Senhora,

Aos meus pais, Gabriel e Lúcia.

Com muita gratidão

Dedico

## AGRADECIMENTOS

À Deus, criador de tudo e de todos, Ele me amou tanto que me presenteou com o Dom da Vida.

À Santíssima Virgem Maria, por seu Amor de Mãe que me guia sempre.

Aos meus pais Lúcia e Gabriel por terem me formado para a vida, e por serem minha inspiração.

À minha madrinha Maria Neuza (*in memorian*), por tudo que ela me proporcionou.

Ao amor da minha vida, Wesley Mayk, por seu amor, companheirismo e incentivo.

Aos meus sogros Vilma e Pedro Lopes, pelo constante apoio e carinho sempre.

À Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup>. Francisca Neide Costa, por todas as oportunidades e pela orientação, muito obrigada.

Ao Grupo de Estudo em Medica Veterinária e Saúde Pública – GEMVESP, de forma especial, Rayane Leite, Luciana Bastos, Greiciene de Jesus, e Gisele Jovita, pela amizade, companheirismo e por toda ajuda em todos os momentos que mais precisei.

A toda equipe do Laboratório de Microbiologia de Alimentos e Água e do Laboratório de Físico – Química de Alimentos e Água.

Ao Laboratório de Tecnologia do Pescado na pessoa de Alline Vieira e ao Laboratório de Nutrição Mineral de Plantas, na pessoa da professora Ana Cristina, muito obrigada pela grande ajuda e parceria na realização das análises.

À Associação dos Produtores de Leite de Codó – APLEC, por terem aceitado contribuir com este trabalho.

Aos meus eternos professores do IFMA, Kiany Sirley e Arlan Freitas pelo constante apoio e incentivo.

Ao Programa de Pós-Graduação Em Ciência Animal da UEMA.

Aos professores que aceitaram o convite para compor a banca examinadora deste estimado trabalho.

A todos que de alguma forma contribuíram para a realização do presente trabalho.

OLIVEIRA, A. B. O.; COSTA, F. N. **Características Físico-Químicas do Leite Cru e Pasteurizado, Queijo e Iogurte e Detecção de Fraudes no Leite Cru e Pasteurizado Provenientes Do Município De Codó - MA.** [Characteristics Physical - Chemicals of Raw And Pasteurized Milk, Cheese And Yoghurt And Fraud Detection In Raw And Pasteurized Milk From Codó MA]. 2019. 52f. Dissertação (Mestrado em Ciência Animal) - Universidade Estadual do Maranhão, São Luís, 2019.

## **RESUMO**

A produção leiteira tem grande importância para a economia do país. O consumo dos produtos lácteos tem aumentado em escala crescente. O leite possui em sua composição em média: 87% de água, 3,3% de caseína e proteínas do soro, 4,6% de lactose, 4,4% de gordura, 0,7% de minerais, 0,17% de sais e 0,13% de vitaminas e enzimas. Por ser rico em nutrientes o leite e seus derivados estão sujeitos a várias alterações, podendo ser constatadas a partir das análises sensoriais, microbiológicas e dos parâmetros físico-químicos. Estas análises permitem avaliar a cadeia produtiva, sendo importante para a segurança do alimento ao consumidor. Assim o objetivo desse trabalho foi analisar a qualidade físico-química do leite cru e pasteurizado, iogurte e queijo produzido e comercializado pela Associação dos Produtores de Leite de Codó na Região de Codó-MA. A área de estudo foi composta por 20 propriedades rurais e a usina de beneficiamento de leite do município de Codó. Foram realizadas as seguintes análises físico – químicas, prova do alizarol, acidez titulável, pH, proteínas, teor de gordura, densidade, extrato seco total (EST), extrato seco desengordurado (ESD), cinzas e alcalinidade das cinzas, também foram realizadas análises para detecção de fraudes, neutralizantes de acidez, peroxidase, fosfatase alcalina, pesquisa de amido, peróxido de hidrogênio, formol, sacarose e cloretos nas amostras de leite cru e pasteurizado. O queijo e o iogurte foram coletados na usina de beneficiamento de leite e foram feitas análises de acidez titulável, pH, proteínas, umidade voláteis, sólidos totais, cinzas e lipídios. Os parâmetros físico – químicos para o leite cru apresentaram inconformidades com a legislação, já para o leite pasteurizado apresentaram conformidade, não foram encontradas substâncias adulterantes no leite cru e pasteurizado, alguns parâmetros para o queijo estavam em desacordo com a legislação e o rótulo, e os parâmetros para o iogurte estavam em conformidade com a legislação, porém em desacordo com a embalagem.

**Palavras-chave:** Produtos Lácteos, Parâmetros Físico – Químicos, Fraudes

OLIVEIRA, A. B. O.; COSTA, F. N. **Characteristics Physical - Chemicals of Raw And Pasteurized Milk, Cheese And Yoghurt And Fraud Detection In Raw And Pasteurized Milk From Codó MA.** [Características Físico-Químicas do Leite Cru e Pasteurizado, Queijo e Iogurte e Detecção de Fraudes no Leite Cru e Pasteurizado Provenientes Do Município De Codó - MA]. 2019. 52f. Dissertação (Mestrado em Ciência Animal) - Universidade Estadual do Maranhão, São Luís, 2019.

### **ABSTRACT**

Dairy production is of great importance to the country's economy. Consumption of dairy products has been increasing on an increasing scale. Milk has an average composition of 87% water, 3.3% casein and whey proteins, 4.6% lactose, 4.4% fat, 0.7% minerals, 0.17% of salts and 0.13% vitamins and enzymes. Because it is rich in nutrients, milk and its derivatives are subject to various changes, which can be verified from sensory, microbiological and physicochemical parameters. These analyzes allow to evaluate the productive chain, being important for the food safety to the consumer. Thus the objective of this work was to analyze the physicochemical quality of raw and pasteurized milk, yogurt and cheese produced and marketed by the Codó Milk Producers Association in the Codó-MA Region. The study area consisted of 20 rural properties and the milk processing plant of the municipality of Codó. The following physicochemical analyzes, alizarol test, titratable acidity, pH, proteins, fat content, density, total dry extract (EST), defatted dry extract (ESD), ashes and ash alkalinity were performed. for detection of fraud, acidity neutralizers, peroxidase, alkaline phosphatase, starch, hydrogen peroxide, formaldehyde, sucrose and chlorides screening in raw and pasteurized milk samples. Cheese and yogurt were collected from the milk processing plant and titratable acidity, pH, protein, volatile moisture, total solids, ashes and lipids were analyzed. The physicochemical parameters for raw milk presented non-compliance with the legislation, while for pasteurized milk presented conformity, no adulterating substances were found in the raw and pasteurized milk, some parameters for the cheese were in disagreement with the legislation and the label, and the parameters for yogurt were in compliance with the legislation, but in disagreement with the packaging.

**Key words:** Dairy Products, Physical - Chemical Parameters, Fraud

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 1.</b> Mapa de localização da cidade de Codó – MA	22
<b>Figura 2.</b> Pesquisa de fraude para o teste de alizarol da primeira coleta do leite cru coletado em 20 fazendas do Município de Codó, Maranhão.	35
<b>Figura 3.</b> Pesquisa de fraude para o teste de alizarol da segunda coleta do leite cru coletado em 20 fazendas do Município de Codó, Maranhão.	36



## LISTA DE TABELAS

<b>Tabela 1.</b> Estatística sumária detalhada da análise físico-química das duas coletas do leite cru (100ml) coletado em 20 fazendas do Município de Codó, Maranhão (*EST: Extrato Seco Total/ ESD: Extrato Seco Desengordurado).	37
<b>Tabela 2:</b> Estatística sumária das análises físico-químicas do leite pasteurizado integral coletado na usina de beneficiamento do município de Codó.	37
<b>Tabela 3:</b> Pesquisa de fraude no leite cru coletado em 20 fazendas do Município de Codó, Maranhão.	43
<b>Tabela 4:</b> Pesquisa de fraude no leite pasteurizado coletado na usina de beneficiamento do Município de Codó, Maranhão.	43
<b>Tabela 5:</b> Estatística sumária das análises físico-químicas do queijo (100g) coletado na usina de beneficiamento do município de Codó, Maranhão.	44
<b>Tabela 6.</b> Estatística sumária das análises físico-químicas do iogurte (100ml) coletado na usina de beneficiamento do município de Codó, Maranhão.	46

## LISTA DE SIGLAS E SÍMBOLOS

<b>DTAs</b>	Doenças Transmitidas por Alimentos
<b>EST</b>	Extrato seco total
<b>ESD</b>	Extrato seco desengordurado
<b>FAO</b>	Food and Agriculture Organization
<b>FAPEMA</b>	Fundação e Amparo à Pesquisa e Desenvolvimento Científico do Maranhão
<b>IBGE</b>	Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística
<b>IN</b>	Instrução Normativa
<b>MAPA</b>	Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento
<b>mg/L</b>	Miligramas por Litro
<b>mL</b>	Mililitro
<b>pH</b>	Potencial Hidrogeniônico
<b>SEBRAE</b>	Serviço de Apoio às Micros e Pequenas Empresas
<b>spp.</b>	Subespécie
<b>UEMA</b>	Universidade Estadual do Maranhão
<b>WHO</b>	World Health Organization
<b>%</b>	Porcentagem
<b>°C</b>	Graus Celsius

## SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO .....</b>	<b>13</b>
<b>2. OBJETIVOS .....</b>	<b>14</b>
2.1. GERAL .....	14
2.2. ESPECÍFICOS.....	14
<b>3. REVISÃO DE LITERATURA.....</b>	<b>15</b>
3.1 IMPORTÂNCIA DO LEITE PARA A ALIMENTAÇÃO HUMANA.....	15
3.2 QUALIDADE DOS PRODUTOS LÁCTEOS .....	16
3.2.1 LEITE CRU .....	16
3.2.2 LEITE PASTEURIZADO .....	17
3.2.3 QUEIJO TIPO MINAS PADRÃO.....	17
3.2.4 IOGURTE .....	19
3.3 FRAUDES NO LEITE .....	19
3.4 PRODUÇÃO LEITEIRA NO BRASIL .....	20
<b>4. MATERIAL E MÉTODOS .....</b>	<b>21</b>
4.1 CARACTERIZAÇÃO DA ÁREA DE ESTUDO .....	21
4.2 OBTENÇÃO DAS AMOSTRAS E AMOSTRAGEM .....	22
4.3 ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS DO LEITE CRU E LEITE PASTEURIZADO .....	23
4.3.1 ESTABILIDADE TÉRMICA AO ALIZAROL .....	23
4.3.2 ACIDEZ TITULÁVEL .....	23
4.3.2 pH.....	24
4.3.3. PROTEÍNA MÉTODO MICRO-KJELDAHL.....	24
4.3.4 LIPÍDIOS.....	25
4.3.5 DENSIDADE A 15°C .....	25
4.3.6 EXTRATO SECO TOTAL E EXTRATO SECO DESENGORDURADO .....	25
4.3.7 CINZAS .....	26
4.3.8. ALCALINIDADE DAS CINZAS.....	26
4.4 ANÁLISES PARA DETECÇÃO DE FRAUDES EM LEITE CRU E PASTEURIZADO .....	27
4.4.1 PESQUISA DE AMIDO.....	27
4.4.2 PESQUISA DE PERÓXIDO DE HIDROGÊNIO .....	27
4.4.3 IDENTIFICAÇÃO DE FORMALDEÍDO .....	27
4.4.4 PESQUISA DE SACAROSE .....	27
4.4.5 PESQUISA DE CLORETOS .....	28
4.4.6 PEROXIDASE .....	28
4.4.7 FOSFATASE ALCALINA.....	28
4.5 ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS DO QUEIJO.....	28
4.4.1 ACIDEZ TITULÁVEL .....	28
4.4.2 pH.....	29
4.4.3PROTEÍNA MÉTODO MICRO-KJELDAHL .....	29
4.4.4 LIPÍDIOS.....	30
4.4.5 UMIDADE, VOLÁTEIS E SÓLIDOS TOTAIS .....	30
4.6 ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS DO IOGURTE .....	31
4.5.1 ACIDEZ TITULÁVEL .....	31
4.5.2 pH.....	32
4.5.3PROTEÍNA MÉTODO MICRO-KJELDAHL .....	32
4.5.4 LIPÍDIOS.....	33
4.5.5 UMIDADE, VOLÁTEIS E SÓLIDOS TOTAIS .....	33

4.5.6 CINZAS .....	34
4.6 ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS DADOS .....	34
<b>5. RESULTADOS E DISCUSSÃO .....</b>	<b>35</b>
5.1 RESULTADOS DAS ANÁLISES FÍSICO – QUÍMICAS PARA O LEITE CRU E PASTEURIZADO ..	35
5.2 RESULTADOS DAS ANÁLISES DE DETECÇÃO DE FRAUDES PARA O LEITE CRU E PASTEURIZADO.....	43
5.2 RESULTADOS DAS ANÁLISES FÍSICO – QUÍMICAS PARA O QUEIJO MINAS PADRÃO .....	44
5.3 RESULTADOS DAS ANÁLISES FÍSICO – QUÍMICAS PARA O IOGURTE .....	45
<b>CONCLUSÕES.....</b>	<b>47</b>
<b>REFERÊNCIAS .....</b>	<b>48</b>

## 1. INTRODUÇÃO

O leite e seus derivados são considerados alimentos de grande valor nutricional, por conterem grandes quantidades de proteínas, vitaminas e serem ricas fontes de cálcio, por conta destes fatores, tornam – se alimentos muito recomendados por nutricionistas. Também por esses motivos e por suas características físico – químicas, o leite é um excelente meio para o desenvolvimento de micro - organismos que provocam o aumento da acidez e outros danos que possam acarretar na diminuição da vida de prateleira do alimento, outros fatores como a falta de sanidade no rebanho e a falta de higiene na ordenha também influenciam negativamente na qualidade do produto final.

Diante deste contexto, o controle de qualidade em toda a cadeia produtiva do leite é imprescindível para que seja garantida a qualidade do produto final. As análises físico – químicas servem para monitorar a composição do leite e seus derivados e detectar a presença de adulterações fraudulentas.

No Estado do Maranhão, a Associação dos Produtores de Leite de Codó, destaca-se na produção de leite e derivados, como o iogurte, bebida láctea e o queijo, inclusive muitas políticas de estímulo à produção de leite e derivados estão sendo implantadas pelo governo do Estado, tendo em vista que a fabricação destes produtos causam um impacto local com geração de empregos diretos e indiretos, além de colaborar com a agricultura familiar, pois o leite que chega na Associação é proveniente das pequenas propriedades.

Atualmente a APLEC atende sete municípios no maranhão: Codó, Peritoró, São Mateus, Alto Alegre, Santo Antônio dos Lopes, Timbiras e Coroatá.

Diante deste cenário, é de extrema necessidade o monitoramento frequente do controle de qualidade físico-químico e microbiológico dos produtos em vista da garantia da saúde da população consumidora.

No contexto de Saúde Pública, estudos que determinem ou estimem os padrões de qualidade do leite e produtos lácteos produzidos na APLEC, produtos estes popularizados e comercializados na cidade de Codó e no Estado do Maranhão, são necessários para definir o atual padrão de utilização desses produtos na alimentação humana.

Considerando a carência de estudos sobre o tema no Estado do Maranhão e a importância de informações dessa natureza para o aprimoramento da cadeia produtiva do leite, em benefício dos produtores, beneficiadores e consumidores, o presente estudo objetivou avaliar

os parâmetros físico – químicos do leite cru e pasteurizado, queijo e iogurte produzidos em Codó-MA.

## **2. OBJETIVOS**

### **2.1. Geral**

Analisar a qualidade físico-química do leite, iogurte e queijos produzidos e comercializados pela Associação dos Produtores de Leite de Codó (APLEC) na Região de Codó-MA.

### **2.2. Específicos**

- Avaliar os parâmetros físico-químicos do leite cru e pasteurizado, queijo e iogurte;
- Verificar se há adulteração fraudulenta no leite cru e pasteurizado;
- Comparar os resultados obtidos das análises com as descritas na embalagem e com os limites estabelecidos pela legislação vigente para os referidos produtos

### **3. REVISÃO DE LITERATURA**

#### **3.1 Importância do leite para a alimentação humana**

A alimentação é considerada por Mahan et al. (2012) uma necessidade básica para a vida, uma vez que, influencia os indivíduos, tanto no que diz respeito à saúde como no desempenho das atividades diárias.

A alimentação balanceada é muito importante para uma boa qualidade de vida, ela consiste no consumo equilibrado de alimentos ricos em nutrientes essenciais para a saúde. O leite e seus derivados destacam-se pelo alto valor nutricional, tendo em vista que possuem uma alta concentração de proteínas, vitaminas e minerais, além de ser uma rica fonte de cálcio, um mineral essencial para a formação e manutenção da estrutura óssea do organismo (MUNIZ et al., 2013).

Em alguns estudos realizados em países emergentes (FERNANDÉZ-ORTEGA, 2008) e desenvolvidos (HOPPU et al., 2010), foi observada uma baixa ingestão de cálcio relacionada ao pouco consumo de leite e derivados.

O leite possui em sua composição uma média de 87% de água, 3,3% de caseína e proteínas do soro, 4,6% de lactose, 4,4% de gordura, 0,7% de minerais, 0,17% de sais e 0,13% de vitaminas e enzimas. Os valores mudam de acordo com a raça, idade e a alimentação das vacas assim como a fase de lactação, número de parições, sanidade, sistema de exploração, ambiente físico e estação do ano (FAO, 2016). Na composição do leite também são encontrados imunoglobulinas, hormônios, fatores de crescimento, citocinas, nucleotídeos, peptídeos, poliaminas, enzimas e outros peptídeos bioativos que apresentam interessantes efeitos à saúde (PEREIRA, 2014).

Em 17 estudos prospectivos descritos por Soedamah-Muthu et al. (2011) verificou-se que o consumo de leite é inversamente proporcional ao risco de doenças cardiovasculares em geral. Em outras pesquisas também foi constatado que o consumo diário de porções de lácteos diminui o risco de elevada pressão arterial (LARSON et al., 2009; HILPERT et al., 2009; SONESTTEDT et al., 2011; HUTH E PARK, 2012).

### 3.2 Qualidade dos Produtos Lácteos

Por ter uma composição muito rica nutricionalmente, o leite é considerado um alimento completo, não obstante, também é classificado como um excelente meio para o desenvolvimento de micro-organismos patogênicos ou não, que podem ser causadores de doenças transmitidas por alimentos (DTAs). Por conta destas características faz-se necessário um rigoroso controle de qualidade em toda a cadeia produtiva do leite, desde a sanidade do rebanho até o produto final (LEITE JR et al., 2000).

#### 3.2.1 Leite Cru

De acordo com a Instrução Normativa (IN). nº 76 de 26 de novembro de 2018, que define o regulamento técnico de identidade e qualidade de leite cru refrigerado determina que este produto é o leite produzido na propriedade e em seguida refrigerado e encaminhado aos estabelecimentos de leite e derivados, para que seja assegurada a sua qualidade, ele precisa atender a parâmetros físico-químicos, microbiológicos e organolépticos. Suas características físico-químicas são determinadas por alguns parâmetros, como, acidez titulável entre 15 e 20 g de ácido láctico/100 mL; densidade relativa a 15°C entre 1,028 e 1,034 g/mL; teor de matéria gorda mínimo de 3 g/100 g; extrato seco total mínimo de 11,5g/100 g; extrato seco desengordurado mínimo de 8,4g/100 g; proteínas mínimo de 2,9 g/100 g (BRASIL, 2018).

Do ponto de vista físico-químico o leite é classificado como uma mistura homogênea de substâncias que se encontram em emulsão, suspensão e dissolvidas (ORDÓÑEZ, 2005).

A qualidade do leite é o conjunto de características responsáveis pela aceitação do produto no mercado. Não se pode melhorar a qualidade do leite após a saída da glândula mamária, o que se pode fazer é tentar impedir que não se perca a qualidade no percurso ordenha – consumidor (DÜRR, et al.,2004).

Segundo Fonseca e Santos (2002) o leite de boa qualidade precisa ter sabor agradável, alto valor nutritivo, ausência de agentes patogênicos, ausência de contaminantes, baixa contagem de células somáticas e baixa carga bacteriana.

Com o objetivo de assegurar a qualidade do leite em todas as etapas da cadeia produtiva e tornar o setor lácteo brasileiro mais competitivo no mercado mundial, o governo tem realizado diversas ações, como implantação de programas de qualidade que buscam subsidiar e incentivar produtores rurais e monitorar o setor industrial em vista de um produto final com qualidade (BRASIL, 2017).



### 3.2.2 Leite pasteurizado

A pasteurização é definida como um processo de tratamento térmico empregado com o objetivo de garantir ao consumidor um leite seguro e isento de micro-organismos que ameaçam a saúde pública e que podem alterar as características químicas, físicas, sensoriais e nutricionais do leite (BRASIL,2017).

Pode ser considerada pasteurização lenta quando o aquecimento indireto do leite acontece entre 63°C e 65°C por um período de trinta minutos, mantendo-se o leite sob agitação mecânica, lenta e em aparelhagem própria. É considerada pasteurização rápida, quando o aquecimento do leite é feito em camada laminar entre 72°C e 75°C pelo período de quinze a vinte segundos, em aparelhagem própria (BRASIL, 2017).

Entende – se por leite pasteurizado o leite fluido que foi exposto a um processo de pasteurização, em seguida envasado automaticamente em circuito fechado e destinado ao consumo humano direto. Possui uma classificação de acordo com a quantidade de matéria gorda, pode ser denominado como leite pasteurizado integral, leite pasteurizado semidesnatado ou leite pasteurizado desnatado. Deve ser um líquido branco opalescente homogêneo e apresentar odor característico (BRASIL, 2018).

Possui características físico-químicas, para cada uma de suas denominações. O leite pasteurizado integral, deve apresentar os seguintes parâmetros físico-químicos, teor de matéria gorda no mínimo de 3,0g/100g, acidez titulável de 0,14 a 0,18 em g de ácido láctico/100mL, densidade relativa a 15°C entre 1,028 a 1,034, índice crioscópico entre - 0,530°H e -0,555°H , equivalentes a -0,512°C e a -0,536°C, respectivamente, teor de sólidos não gordurosos mínimo de 8,4 g/100g, proteína total mínima de 2,9g/100g, lactose anidra mínima de 4,3g/100g e testes enzimáticos: prova da fosfatase alcalina negativa e prova de peroxidase positiva (BRASIL,2018).

As análises físico-químicas e microbiológicas são importantes para o monitoramento da eficiência da pasteurização. A não realização destas análises impossibilitam a avaliação da qualidade do leite pasteurizado, inviabiliza a rápida identificação e imediata correção das prováveis falhas de beneficiamento (NADER FILHO et al., 1997).

### 3. 2.3 Queijo Tipo Minas Padrão

A legislação brasileira define o queijo, como um produto fresco ou maturado obtido por separação parcial do soro do leite ou leite reconstituído integral, parcial ou desnatado, ou de soros lácteos, utilizando enzimas específicas, bactérias específicas, ácidos orgânicos,

isolados ou combinados com qualidade apta para uso alimentar, com ou sem adição de substâncias alimentícias, de especiarias, de condimentos ou aditivos (BRASIL, 2017).

A produção de queijo gera um líquido residual chamado de soro de leite, Cerca de 80 a 90% do volume de leite utilizado na produção de queijo é soro e contém, aproximadamente, 55% dos nutrientes do leite. Soro do leite tem grande valor nutricional por ser importante fonte de proteína, essas proteínas são versáteis podendo ser utilizadas como ingredientes em produtos da indústria de alimentos (PITHAN e SILVA et al., 2017).

Por ser um alimento manipulado, o queijo está propenso a vários tipos de contaminação, que pode ser de origem microbiológica, contaminação cruzada, entre outras. A ingestão de queijos contaminados pode originar vários tipos de doenças de origem alimentar, desde zoonoses até intoxicações alimentares. O risco ainda é maior se o queijo for produzido a partir do leite cru, tornando – se, assim, impróprio para o consumo (LEITE, 2012).

Segundo Melo (2009), o queijo se sobressai entre os produtos lácteos por conter um alto teor proteico e outros nutrientes essenciais. Com o crescimento e o desenvolvimento de tecnologias que otimizam a sua produção, surgiram no Brasil muitas variedades de queijos, sendo algumas de expressão regional.

O Estado de Minas Gerais é reconhecido nacionalmente como um grande produtor de produtos lácteos. A produção de queijo deve ser sempre estimulada, tendo em vista sua importância social e para a economia local e nacional (MACHADO et. al, 2004).

Segundo o Decreto Nº 9.013, de 29 de março de 2017, que dispõe sobre a inspeção industrial e sanitária de produtos de origem animal, em seu artigo 379 define o queijo minas padrão, dispondo que:

O queijo minas padrão é o queijo de massa crua ou semicozida obtido por meio da coagulação do leite pasteurizado com coalho ou com outras enzimas coagulantes apropriadas, ou com ambos, complementada ou não pela ação de bactérias lácticas específicas, com a obtenção de uma massa coalhada, dessorada, prensada mecanicamente, salgada e maturada (BRASIL, 2017).

O queijo Minas Padrão originou-se em Minas Gerais no Brasil e possivelmente, um dos primeiros queijos a ser produzido em escala industrial no país. Apesar da grande produção, ele ainda não possui suas características físico – químicas e sensoriais padronizadas, por conta da inexistência do regulamento técnico de identidade e qualidade deste produto (FURTADO,2005 *apud* MARQUES et al., 2011).

### 3.2.4 Iogurte

Iogurte é o leite fermentado obtido pela fermentação láctica através da ação do *Lactobacillus delbrueckii ssp. bulgaricus* e *Streptococcus thermophilus* ou outras bactérias ácido-lácticas que, por sua atividade, contribuem para a determinação das características do produto final (BRASIL, 2007).

De acordo com a quantidade de matéria gorda, o iogurte pode ser classificado em: com creme, quando a quantidade de matéria gorda mínima é de 6,0g/100g; integral: mínimo 3,0g/100g; parcialmente desnatado: quantidade máxima de 2,9g/100g e desnatado: quantidade máxima de 0,5g/100g (BRASIL, 2007).

Assim como o leite, o iogurte também é um produto rico nutricionalmente e considerado saudável, portanto, recomendado para a dieta humana. Ele também se destaca por apresentar elevada digestibilidade, transformar a lactose em ácido láctico naturalmente, ser rico em vitaminas e sais minerais, e ainda pode ser enriquecido com pedaço de frutas, poupas e outros (SILVA, 2012).

Além dos benefícios proporcionados a saúde, o iogurte também é um alimento prático, isso faz com que os consumidores que vivem em um ritmo de vida cada vez mais acelerado priorizarem este tipo de alimento (CAPITANI, 2014).

Por conter elevada concentração de nutrientes, o leite e seus derivados estão sujeitos a várias alterações, as alterações podem ser constatadas a partir das análises sensorial, microbiológica e dos parâmetros físico-químicos. Estas análises permitem avaliar as de toda a cadeia produtiva, sendo importantes para assegurar um alimento seguro ao consumidor (MENSEN, 2015).

### 3.3 Fraudes no Leite

A fraude alimentar é uma questão séria que tem causado preocupação para a segurança alimentar e oferecido risco à saúde pública nos últimos anos. Alimento fraudado é todo aquele que pode ser estragado ou intencionalmente alterado pela adição ilegal de uma substância química estranha à sua composição (SPINK e MOYER, 2011). Portanto é imprescindível a constante monitoração e detecção de alimentos fraudados e sem qualidade que estejam a venda nas prateleiras do mercado (EGITO et al., 2006).

A Instrução Normativa nº 76 de 26 de Novembro de 2018 preconiza que no leite não deve haver presença de substâncias que não sejam inerentes à sua composição, ou seja, a adição de agentes inibidores do crescimento microbiano, neutralizantes da acidez e

reconstituíntes da densidade ou do índice crioscópico são consideradas práticas fraudulentas (BRASIL, 2018).

Fatores como o aumento da demanda mundial do consumo de leite, o crescimento da concorrência no mercado de laticínios e a crescente complexidade da cadeia de suprimentos tem levado alguns produtores inescrupulosos a praticarem cada vez mais as fraudes no leite (HANDFORD et. al, 2016). A fraude no leite é um problema antigo e ainda recorrente no Brasil, com o passar do tempo, as práticas também vão se modernizando, e como pode acontecer em qualquer etapa da cadeia produtiva, acaba dificultando mais ainda o processo de monitoramento e identificação (MILKPOINT, 2016).

Cada tipo de fraude possui um princípio químico e uma finalidade, por meio da adição de água, pretende-se aumentar o volume do produto, por meio do desnate, pretende-se a produção de creme de leite. Com a adição de peróxido de hidrogênio, formaldeído e outras substâncias conservantes, pretende-se aumentar a durabilidade do leite. Com a adição de hidróxido de sódio, bicarbonato de sódio ou outras substâncias neutralizantes procura – se mascarar a acidez da fermentação microbiana e a adição de sal, açúcar, amido ou outras substâncias reconstituíntes da densidade e crioscopia, pretende – se aumentar o volume e mascarar a adição de água (ALMEIDA, 2013).

Para a detecção destas fraudes no leite, as análises físico – químicas são excelentes meios, uma vez que através delas pode-se verificar a presença de adulterações como a adição de água, desnate, superaquecimento e outras (ZOCHE et al.,2002).

### 3. 4 Produção Leiteira no Brasil

Nos países em desenvolvimento, a produção de leite corresponde ao crescimento da demanda e consumo de leite. Consequentemente, nas últimas 3 décadas, a produção total global de leite aumentou em quase 50%, de 500 milhões de toneladas em 1983 para 747 milhões em 2013 (FAO 2015).

A produção leiteira no Brasil cresceu cerca de 271% entre o ano de 1974 e 2017, fazendo com que ele saísse do 10º para o 3º lugar no ranking mundial de produção de leite neste período (CARVALHO e ROCHA, 2019). A produção leiteira tem grande importância para a economia do país produtor, no ano de 2018, esta produção gerou um valor bruto de R\$32 bilhões a nível das fazendas (MAPA, 2019) e quase R\$69 bilhões a nível do setor industrial (ABIA, 2019).

No ano de 2017, a região Sul destacou-se por produzir quase 12 bilhões de litros de leite, sendo a principal produtora do país, seguida da região sudeste que quase chega em 11, 5 bilhões. A região Nordeste produziu mais de 3 bilhões neste mesmo ano (EMBRAPA GADO DE LEITE, 2019).

O Estado do Maranhão localizado na região Nordeste possui um rebanho bovino de 7.793.180 cabeças, sendo 551.243 vacas leiteiras ordenhadas e com uma produção de 345.527.000 litros de leite em 2018 (IBGE, 2018).

A cidade de Codó situada no leste maranhense, possui 930 propriedades, sendo 928 de bovinos com 120. 744 animais. Deste quantitativo de propriedades, apenas 42 são de bovinos leiteiros com 1830 animais e uma média de produção diária de 6,0 litros/vaca (AGED, 2019).

Por apresentar um grande potencial na pecuária leiteira, o município vem recebendo políticas de incentivo à produção leiteira. Há em Codó uma usina de beneficiamento de leite com Serviço de Inspeção estadual (S.I.E), que agrega valor ao produto e oferece em média mensalmente ao mercado consumidor produtos como leite pasteurizado, iogurte, bebida láctea e queijo (ABAS, 2014).

#### **4. MATERIAL E MÉTODOS**

##### **4.1 Caracterização da área de estudo**

O presente estudo foi realizado no município de Codó (Figura 1), que se limita geograficamente com os municípios de Timbiras, Coroatá, Chapadinha, Peritoró, Governador Archer, São João do Soter, Caxias e Aldeias Altas. Sua área é de 4.361,344km<sup>2</sup>. O município faz parte da Mesorregião do Leste Maranhense e da Microrregião de Codó. A região está compreendida entre as coordenadas geográficas (04° 27' 19" S 43° 53' 08"W), com uma população estimada de 122.859 habitantes (IBGE, 2019).

A bacia leiteira do município de Codó possui um rebanho leiteiro composto, predominantemente por animais mestiços das raças Holandesa e Girolanda com um efetivo de aproximadamente 1.800 cabeças, distribuídas em 42 propriedades (IBGE, 2019).

**Figura 1:** Mapa de localização da cidade de Codó – MA



**Fonte:** CODÓ, 2019

#### 4.2 Obtenção das amostras e amostragem

As amostras de leite cru foram obtidas por conveniência em 20 propriedades leiteiras que fornecem leite para a usina de beneficiamento local e as amostras de leite pasteurizado, queijo e iogurte foram obtidas diretamente na usina, no período de julho a setembro de 2019. Nos estabelecimentos mencionados foram coletadas 40 amostras de leite cru, 02 amostras de leite pasteurizado, 04 de queijo minas padrão e 06 de iogurte. Cada amostra de leite cru foi representada por 600mL de leite acondicionados em embalagens estéreis, as amostras de leite pasteurizado foram representadas cada uma por 1L de leite na sua embalagem original, cada amostra de queijo minas padrão foi representada por 1kg de queijo na sua embalagem original e cada amostra de iogurte foi representada por 120g de iogurte na sua embalagem original, todas as amostras foram refrigeradas e transportadas em caixas isotérmicas com gelo reciclável até o Laboratório de Físico-Química de Alimentos e Água do Centro de Ciências Agrárias da Universidade Estadual do Maranhão – UEMA, onde foram analisadas.

### 4.3 Análises Físico-Químicas do Leite Cru e Leite Pasteurizado

No laboratório as amostras de leite cru e leite pasteurizado foram retiradas de suas embalagens e imediatamente analisadas.

As análises foram realizadas segundo as metodologias oficiais recomendadas pela Instrução Normativa nº68 de 12 de dezembro de 2006 do Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento (MAPA), pelo Manual de Métodos Analíticos para Análises de Alimentos de Origem Animal – BRASIL (2017) e pela metodologia preconizada pelo Instituto Adolfo Lutz (2008). Foram determinados 18 parâmetros, tais como, prova do alizarol, acidez titulável, pH, proteínas, teor de gordura, densidade, extrato seco total (EST), extrato seco desengordurado (ESD), cinzas, alcalinidade das cinzas, neutralizantes de acidez, peroxidase, fosfatase alcalina, pesquisa de amido, peróxido de hidrogênio, formol, sacarose e cloretos.

#### 4.3.1 Estabilidade Térmica ao Alizarol

Adicionou-se 2mL da solução de alizarol e 2mL de leite em um tubo de ensaio, agitou-se e observou-se a coloração e o aspecto (formação de grumos, flocos ou coágulos grandes) (BRASIL, 2006).

#### 4.3.2 Acidez Titulável

Transferiu-se 10 mL da amostra para um béquer e adicionou 4 - 5 gotas da solução de fenolftaleína a 1 % e foi titulada com solução de hidróxido de sódio até o aparecimento de coloração rósea persistente (BRASIL, 2006).

Resultado foi expresso pelo cálculo:

$$\text{Acidez em g de ácido láctico/100mL} = \frac{V \times f \times 0,1 \times 0,09 \times 100}{v}$$

Onde:

V = volume da solução de hidróxido de sódio 0,1 N gasto na titulação, em mL;

v = volume da amostra em mL;

f = fator de correção da solução de hidróxido de sódio 0,1 N;

0,09 = fator de conversão do ácido láctico;

0,1 = normalidade da solução de hidróxido de sódio.

#### 4.3.2 pH

Adicionou-se 50 ml de leite em um becker de 100mL, e utilizando - se um pHmetro calibrado aferiu-se o pH da amostra (BRASIL, 2017).

#### 4.3.3. Proteína método micro-Kjeldahl

Método dividido em 3 (três etapas) de acordo com a Instrução Normativa nº 68 de 12 de dezembro de 2006.

- Digestão ou mineralização:

Pesou-se em balança analítica 2,0 g da amostra e transferiu-se para um tubo de Kjeldahl, em seguida adicionou-se 2,5 g de mistura catalítica e 7 mL de ácido sulfúrico P.A. Aqueceu-se em bloco digestor, a princípio, lentamente, mantendo a temperatura de 50 °C por 1 (uma) hora ou dependendo das instruções do fabricante do bloco digestor. Em seguida, foi elevado gradativamente até atingir 400 °C. Quando o líquido se tornou límpido e transparente de tonalidade azul-esverdeada, retirou-se do aquecimento, deixou - se esfriar e foi acrescentou - se 10 mL de água.

- Destilação:

Foi acoplado ao destilador um erlenmeyer contendo 20 mL de solução de ácido bórico a 4 % com 4 ou 5 gotas de solução de indicador misto (Erlenmeyer receptor do destilado). Adaptou-se o tubo de Kjeldahl ao destilador e foi adicionado a solução de hidróxido de sódio a 50 % até que a mesma se tornou negra. Procedeu-se a destilação coletando cerca de 100 mL do destilado. A solução receptora foi mantida fria durante a destilação.

- Titulação:

Titulou-se com solução de ácido clorídrico 0,1 N até a viragem do indicador.

O Resultado foi expresso pelo cálculo:

$$\% \text{ nitrogênio total} = \frac{V \times N \times f \times 0,014 \times 100}{m}$$

$$\% \text{ protídios} = \% \text{ nitrogênio total} \times F$$

Onde:

V = solução de ácido clorídrico 0,1 N, gasto na titulação;

N = normalidade teórica da solução de ácido clorídrico 0,1 N;

f = fator de correção da solução de ácido clorídrico 1,0 N;

m = massa da amostra, em gramas;

F = fator de conversão da relação nitrogênio/proteína, F = 6,38.



#### 4.3.4 Lipídios

Para a determinação de lipídios, mediu-se 10 mL da amostra de leite. Transferiu-se para uma proveta graduada com rolha esmerilhada com capacidade de 100 mL. Adicionou-se 2mL de hidróxido de amônia e 10 mL de álcool etílico. Em seguida foi vedada proveta e agitada. Acrescentou-se 25 mL de éter etílico, voltando a agitar, adicionando-se finalmente 25 mL de éter de petróleo agitando-se mais uma vez (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008).

Após uma hora de repouso fez-se a leitura da solução etérea total, em seguida retirou-se uma alíquota de 25 mL para uma cápsula de porcelana previamente tarada. Colocou-se a cápsula em banho-maria para evaporação dos solventes. Após essa etapa foi acondicionada na estufa a 105°C por meia hora, em seguida resfriou-se em dessecador até a temperatura ambiente e realizou-se a última pesagem (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008).

O Resultado foi expresso a partir da equação:

$$x = \frac{V \times P3(P2 - P1)}{25mL}$$

Onde:

P1= massa da cápsula vazia;

P2= massa da cápsula + substância graxa;

P3= massa da substância graxa;

X= substância graxa na solução etérea;

V= volume em mL da solução etérea total

#### 4.3.5 Densidade a 15°C

Transferiu-se 200mL de leite para uma proveta de capacidade de 250mL, evitando incorporação de ar e formação de espuma. Introduziu-se o termolactodensímetro limpo e seco na amostra, deixando flutuar sem que encoste na parede da proveta. Observou-se a densidade aproximada, erguendo cuidadosamente o termolactodensímetro e secando sua haste com papel absorvente e retornando o aparelho à posição anteriormente observada (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008).

#### 4.3.6 Extrato Seco Total e Extrato Seco Desengordurado

Na determinação do extrato seco total (EST) foi utilizado o método indireto, utilizando a fórmula de Furtado (1993) a qual correlaciona valor de densidade e teor de gordura da amostra.

O Resultado deu-se por meio do cálculo:

$$\% \text{ ES} = 1,2 \times G + 0,25 \times D + 0,25$$

onde: G = gordura / D = densidade

O Extrato seco desengordurado foi obtido através da fórmula:

$$\text{ESD} = \text{EST} - G$$

onde: EST = extrato seco total / G=gordura

#### 4.3.7 Cinzas

Aqueceu -se o cadinho de porcelana em forno mufla a 550°C durante 30 minutos, esfriou-se em dessecador e tarou-se. Em seguida, pesou-se 20g da amostra homogeneizada diretamente no cadinho, e aqueceu-se em chapa elétrica até a carbonização completa, posteriormente colocou-se a amostra no forno mufla a 550°C, e deixou-se a amostra incinerar até a obtenção das cinzas totalmente brancas, esfriou-se em dessecador e finalmente pesou-se (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008).

O Resultado deu-se por meio do cálculo:

$$\% \text{ cinzas} = \frac{(m_2 - m_1) \times 100}{m_o}$$

Onde:  $m_2$  = massa do cadinho com amostra após incineração, em gramas;

$m_1$  = massa do cadinho vazio, em gramas;

$m_o$  = massa da amostra, em gramas.

#### 4.3.8. Alcalinidade das cinzas

Com um bastão de vidro, transferiu-se quantitativamente as cinzas, obtidas na metodologia anterior, para um becker de 400ml, usando pequenas porções de água destilada até 75ml. Adicionou-se aos poucos 50ml de solução de ácido clorídrico 0,1N. Cobriu-se o bécker com um vidro de relógio e em seguida aqueceu-se em chapa elétrica até ebulição moderada por 5 minutos, esfriou-se e lavou-se o vidro de relógio com água destilada. Em seguida adicionou-se 30ml de solução de cloreto de cálcio a 40% e após um repouso de 10 minutos, adicionou-se 10 gotas de solução alcoólica de fenolftaleína a 1% e titulou-se o excesso de ácido clorídrico com solução padronizada de hidróxido de sódio 0,1N (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008).

O Resultado foi expresso a partir da equação:

$$\% \text{ NaCO}_3 = \frac{V \times N \times f \times 0,053 \times 100}{m}$$

Onde:

V = diferença entre os volumes da solução de ácido clorídrico 0,1N adicionado e da solução de hidróxido de sódio 0,1N gasto na titulação, em ml;

N = normalidade da solução de hidróxido de sódio 0,1N;

f = fator de correção da solução de hidróxido de sódio 0,1N;

0,053 = miliequivalente-grama do carbonato de sódio;

#### 4.4 Análises para Detecção de Fraudes em Leite Cru e Pasteurizado

##### 4.4.1 Pesquisa de Amido

Transferiu-se 10mL de leite para um tubo de ensaio, aqueceu-se até ebulição em banho-maria e por 5 minutos, esfriou-se em água corrente, em seguida adicionou-se 2 gotas de solução de Lugol e observou-se a coloração produzida (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008).

##### 4.4.2 Pesquisa de Peróxido de Hidrogênio

Adicionou - se 2 mL de leite e 2 mL de solução hidroalcoólica de guaiacol a 1 % em um tubo de ensaio. Agitou-se e observou-se a coloração (BRASIL, 2006).

##### 4.4.3 Identificação de Formaldeído

Transferiu – se 5 ml da amostra de leite, 2 mL de Ácido Sulfúrico 50%, e 1 mL de Cloreto Férrico 2,0% dentro de um tubo de ensaio. Em seguida, a mistura foi agitada e submetida a aquecimento no Bico de Bunsen até seu ponto de ebulição, onde se observou a coloração da amostra (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008).

##### 4.4.4 Pesquisa de Sacarose

Em um tubo de ensaio, colocou-se 2 mL de amostra e 2 mL de ácido clorídrico. Agitou-se até dissolução e deixou-se em banho maria por 2 minutos. Em seguida observou-se a coloração (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008).

#### 4.4.5 Pesquisa de Cloretos

Em um tubo de ensaio colocou-se 10 mL da amostra, adicionou-se 0,5 mL de solução de cromato de potássio a 5 % e 4,5 mL de solução de nitrato de prata 0,1 N. agitou-se e observou-se a coloração (BRASIL, 2006).

#### 4.4.6 Peroxidase

Utilizou-se as tiras para reação de peroxidase (Cap-Lab), segundo as instruções do fabricante.

#### 4.4.7 Fosfatase Alcalina

Utilizou-se as tiras para reação de Fosfatase Alcalina (Cap-Lab), segundo as instruções do fabricante.

#### 4.4.8 Neutralizante de Acidez

Transferiu-se 11 mL da amostra para um becker de 150 mL, adicionou-se 5 gotas de solução alcoólica de fenolftaleína a 1 % e titulou-se com solução de hidróxido de sódio 0,1 N até coloração rósea persistente.

Em seguida reacidificou-se o meio com 1 mL de solução de ácido sulfúrico 0,025 N, aqueceu-se até ebulição, esfriou-se rapidamente em banho de gelo, adicionou-se 2 mL de solução alcoólica de fenolftaleína a 1 % e por fim observou-se a coloração da amostra (BRASIL, 2006).

### 4.5 Análises Físico-Químicas do Queijo

#### 4.4.1 Acidez Titulável

Transferiu-se 10g da amostra para um béquer de 150ml, acrescentou-se 50ml de água morna isenta de gás carbônico e agitou-se com bastão de vidro até dissolução possível. Transferiu-se toda a parte líquida para um balão volumétrico de 100ml, esfriou-se em água corrente e completou-se o volume. Em seguida transferiu-se 50ml para um erlenmeyer de 150ml, acrescentou-se 10 gotas de solução alcoólica de fenolftaleína a 1% e titulou-se com solução de hidróxido de sódio 0,1N até leve coloração rósea persistente (BRASIL, 2006).

O resultado foi expresso pelo cálculo:

$$\text{Acidez em g de ácido láctico/100g} = \frac{V \times f \times 0,1 \times 0,09 \times 100}{g}$$

Onde:

V = volume da solução de hidróxido de sódio 0,1 N gasto na titulação, em mL;

g = peso da amostra em g;

f = fator de correção da solução de hidróxido de sódio 0,1 N;

0,09 = fator de conversão do ácido láctico;

0,1 = normalidade da solução de hidróxido de sódio.

#### 4.4.2 pH

Primeiramente preparou-se a amostra da seguinte forma, pesou-se 10 g da amostra em um becker e diluiu-se em 100 mL de água. Agitou-se o conteúdo até que as partículas ficassem uniformemente suspensas. Em seguida fez-se a leitura em um potenciômetro calibrado (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008).

#### 4.4.3 Proteína método micro-Kjeldahl

Método dividido em 3 (três etapas) de acordo com a Instrução Normativa nº 68 de 12 de dezembro de 2006.

- Digestão ou mineralização:

Pesou-se em balança analítica 0,3 g da amostra e transferiu-se para um tubo de Kjeldahl, em seguida adicionou-se 2,5 g de mistura catalítica e 7 mL de ácido sulfúrico P.A. Aqueceu-se em bloco digestor, a princípio, lentamente, mantendo a temperatura de 50 °C por 1 (uma) hora ou dependendo das instruções do fabricante do bloco digestor. Em seguida, foi elevado gradativamente até atingir 400 °C. Quando o líquido se tornou límpido e transparente de tonalidade azul-esverdeada, retirou-se do aquecimento, deixou - se esfriar e foi acrescentou - se 10 mL de água.

- Destilação:

Foi acoplado ao destilador um erlenmeyer contendo 20 mL de solução de ácido bórico a 4 % com 4 ou 5 gotas de solução de indicador misto (Erlenmeyer receptor do destilado). Adaptou-se o tubo de Kjeldahl ao destilador e foi adicionado a solução de hidróxido de sódio a 50 % até que a mesma se tornou negra. Procedeu-se a destilação coletando cerca de 100 mL do destilado. A solução receptora foi mantida fria durante a destilação.

- Titulação:

Titulou-se com solução de ácido clorídrico 0,1 N até a viragem do indicador.

O Resultado foi expresso pelo cálculo:

$$\% \text{ nitrogênio total} = \frac{V \times N \times f \times 0,014 \times 100}{m}$$

$$\% \text{ protídios} = \% \text{ nitrogênio total} \times F$$

Onde:

V = solução de ácido clorídrico 0,1 N, gasto na titulação;

N = normalidade teórica da solução de ácido clorídrico 0,1 N;

f = fator de correção da solução de ácido clorídrico 1,0 N;

m = massa da amostra, em gramas;

F = fator de conversão da relação nitrogênio/proteína, F = 6,38.

#### 4.4.4 Lipídios

Pesou-se os butirômetros com suas respectivas rolhas para verificar se os mesmos estão com os pesos equivalentes. Pesou-se 3 g da amostra no copo do butirômetro e o adaptou ao mesmo. Adicionou-se 5 mL de água morna, 10 mL de ácido sulfúrico, 1 mL de álcool isoamílico até completar o volume do tubo. Arrolhou – se o butirômetro, pesou-se em temperatura ambiente e, colocou-se em banho-maria a 63°C, durante 15 minutos. Em seguida centrifugou-se 1200rpm, durante 15 minutos. Leu-se a porcentagem de gordura diretamente na escalado butirômetro (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008).

#### 4.4.5 Umidade, Voláteis e Sólidos Totais

Primeiramente colocou-se uma cápsula vazia na estufa a 102 °C durante 1 hora, esfriou-se em dessecador e pesou-se. Em seguida pesou-se 5g da amostra e colocou-se na estufa a 102°C por 3 horas, esfriou-se em dessecador e pesou-se. Este procedimento foi repetido em um intervalo de 1 hora até a obtenção de massa constante (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008).

O Resultado foi expresso pelo cálculo:

$$\% \text{ umidade e voláteis} = \frac{100 \times m}{m'}$$

Onde: m = perda de massa em gramas;

m' = massa da amostra em gramas.

% sólidos totais = 100 - % umidade e voláteis

#### 4.4.6 Cinzas

Aqueceu -se o cadinho de porcelana em forno mufla a 550°C durante 30 minutos, esfriou-se em dessecador e tarou-se. Em seguida, pesou-se 5g da amostra homogeneizada diretamente no cadinho, e aqueceu-se em chapa elétrica até a carbonização completa, posteriormente colocou-se a amostra no forno mufla a 550°C, e deixou-se a amostra incinerar até a obtenção das cinzas totalmente brancas, esfriou-se em dessecador e finalmente pesou-se (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008).

O Resultado deu-se por meio do cálculo:

$$\% \text{ cinzas} = \frac{(m_2 - m_1) \times 100}{m_o}$$

Onde:  $m_2$  = massa do cadinho com amostra após incineração, em gramas;

$m_1$  = massa do cadinho vazio, em gramas;

$m_o$  = massa da amostra, em gramas.

#### 4.6 Análises Físico-Químicas do Iogurte

##### 4.5.1 Acidez Titulável

Transferiu-se 10g da amostra para um béquer de 150ml, acrescentou-se 50ml de água morna isenta de gás carbônico e agitou-se com bastão de vidro até dissolução possível. Transferiu-se toda a parte líquida para um balão volumétrico de 100ml, esfriou-se em água corrente e completou-se o volume. Em seguida transferiu-se 50ml para um erlenmeyer de 150ml, acrescentou-se 10 gotas de solução alcoólica de fenolftaleína a 1% e titulou-se com solução de hidróxido de sódio 0,1N até leve coloração rósea persistente (BRASIL, 2006).

O resultado foi expresso pelo cálculo:

$$\text{Acidez em g de ácido láctico/100g} = \frac{V \times f \times 0,1 \times 0,09 \times 100}{g}$$

Onde:

V = volume da solução de hidróxido de sódio 0,1 N gasto na titulação, em mL;

g = peso da amostra em g;

f = fator de correção da solução de hidróxido de sódio 0,1 N;

0,09 = fator de conversão do ácido láctico;

0,1 = normalidade da solução de hidróxido de sódio.

#### 4.5.2 pH

Primeiramente preparou-se a amostra da seguinte forma, pesou-se 10 g da amostra em um becker e diluiu-se em 100 mL de água. Agitou-se o conteúdo até que as partículas ficassem uniformemente suspensas. Em seguida fez-se a leitura em um potenciômetro calibrado (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008).

#### 4.5.3 Proteína método micro-Kjeldahl

Método dividido em 3 (três etapas) de acordo com a Instrução Normativa nº 68 de 12 de dezembro de 2006.

- Digestão ou mineralização:

Pesou-se em balança analítica 1,5 g da amostra e transferiu-se para um tubo de Kjeldahl, em seguida adicionou-se 2,5 g de mistura catalítica e 7 mL de ácido sulfúrico P.A. Aqueceu-se em bloco digestor, a princípio, lentamente, mantendo a temperatura de 50 °C por 1 (uma) hora ou dependendo das instruções do fabricante do bloco digestor. Em seguida, foi elevado gradativamente até atingir 400 °C. Quando o líquido se tornou límpido e transparente de tonalidade azul-esverdeada, retirou-se do aquecimento, deixou - se esfriar e foi acrescentou - se 10 mL de água.

- Destilação:

Foi acoplado ao destilador um erlenmeyer contendo 20 mL de solução de ácido bórico a 4 % com 4 ou 5 gotas de solução de indicador misto (Erlenmeyer receptor do destilado). Adaptou-se o tubo de Kjeldahl ao destilador e foi adicionado à solução de hidróxido de sódio a 50 % até que a mesma se tornou negra. Procedeu-se a destilação coletando cerca de 100 mL do destilado. A solução receptora foi mantida fria durante a destilação.

- Titulação:

Titulou-se com solução de ácido clorídrico 0,1 N até a viragem do indicador.

O Resultado foi expresso pelo cálculo:

$$\% \text{ nitrogênio total} = \frac{V \times N \times f \times 0,014 \times 100}{m}$$

$$\% \text{ protídios} = \% \text{ nitrogênio total} \times F$$

Onde:

V = solução de ácido clorídrico 0,1 N, gasto na titulação;

N = normalidade teórica da solução de ácido clorídrico 0,1 N;



f = fator de correção da solução de ácido clorídrico 1,0 N;

m = massa da amostra, em gramas;

F = fator de conversão da relação nitrogênio/proteína, F = 6,38.

#### 4.5.4 Lipídios

Pesou-se 10 g da amostra em um béquer de 100 mL e dissolveu-se com 30 mL de água morna, com auxílio de um bastão de vidro, transferiu-se para um balão volumétrico de 100 mL, resfriou-se e completou-se o volume.

Em seguida, pesou-se os lactobutirômetros com suas respectivas rolhas para verificar se os mesmos estavam com os pesos equivalentes. Transferiu-se 10 mL de ácido sulfúrico e 11 mL da amostra e 1 mL de álcool isoamílico para o butirômetro. Arrolhou-se o butirômetro, pesou-se e agitou-se até completa dissolução. Centrifugou-se a 1200 rpm por 5 minutos na centrífuga de gerber, posteriormente, levou-se o butirômetro para um banho-maria a 63°C, por 3 minutos, com a rolha para baixo, retirou-se o lactobutirômetro do banho-maria na posição vertical (rolha para baixo) e finalmente colocou-se a camada amarelo-clara, transparente (gordura), dentro da escala graduada do lactobutirômetro e fez-se a leitura (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008).

#### 4.5.5 Umidade, Voláteis e Sólidos Totais

Primeiramente colocou-se uma cápsula vazia na estufa a 102 °C durante 1 hora, esfriou-se em dessecador e pesou-se. Em seguida pesou-se 5g da amostra e colocou-se na estufa a 102°C por 4 horas, esfriou-se em dessecador e pesou-se. Este procedimento foi repetido em um intervalo de 1 hora até a obtenção de massa constante (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008).

O Resultado foi expresso pelo cálculo:

$$\% \text{ umidade e voláteis} = \frac{100 \times m}{m'}$$

Onde: m = perda de massa em gramas;

m' = massa da amostra em gramas.

% sólidos totais = 100 - % umidade e voláteis

#### 4.5.6 Cinzas

Aqueceu -se o cadinho de porcelana em forno mufla a 550°C durante 30 minutos, esfriou-se em dessecador e tarou-se. Em seguida, pesou-se 5g da amostra homogeneizada diretamente no cadinho, e aqueceu-se em chapa elétrica até a carbonização completa, posteriormente colocou-se a amostra no forno mufla a 550°C, e deixou-se a amostra incinerar até a obtenção das cinzas totalmente brancas, esfriou-se em dessecador e finalmente pesou-se (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008).

O Resultado deu-se por meio do cálculo:

$$\% \text{ cinzas} = \frac{(m_2 - m_1) \times 100}{m_0}$$

Onde:  $m_2$  = massa do cadinho com amostra após incineração, em gramas;

$m_1$  = massa do cadinho vazio, em gramas;

$m_0$  = massa da amostra, em gramas.

#### 4.6 Análise Estatística dos Dados

Todos os dados do estudo foram tabelados em Excel, onde dados quantitativos foram organizados em tabelas contendo média e desvio padrão, assim como dados qualitativos em frequências absoluta e relativa por meio de gráficos.

A análise estatística foi realizada no *Software* SPSS v.19, com nível de significância adotado de 5%.

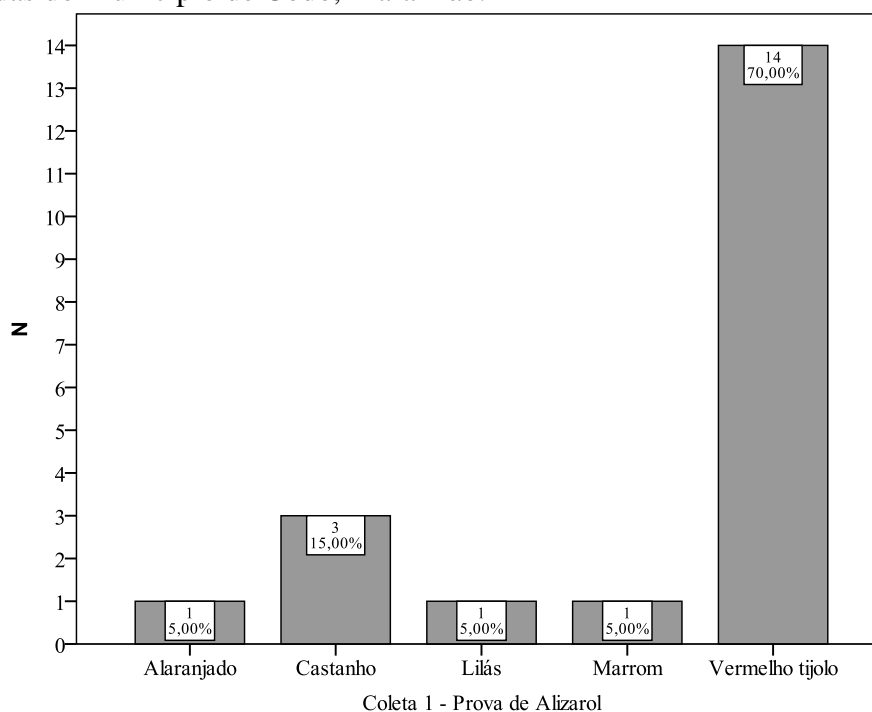
Para análises das médias dos parâmetros para o leite cru, leite pasteurizado, queijo minas e iogurte, em comparação com a legislação vigente, utilizou-se o teste t de Student para amostras simples.

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1 Resultados das Análises Físico – Químicas para o Leite Cru e Pasteurizado

Das 20 amostras de leite cru referente a primeira coleta (Figura 2) que passaram pela análise de estabilidade térmica ao alizarol, o resultado mais frequente obtido foi estável ao alizarol com coloração vermelho tijolo, representando 70% das amostras analisadas, seguida por instável ao alizarol com coloração castanho que representou 15% das amostras e instável ao alizarol com coloração alaranjada, lilás e marrom com 5% de frequência cada.

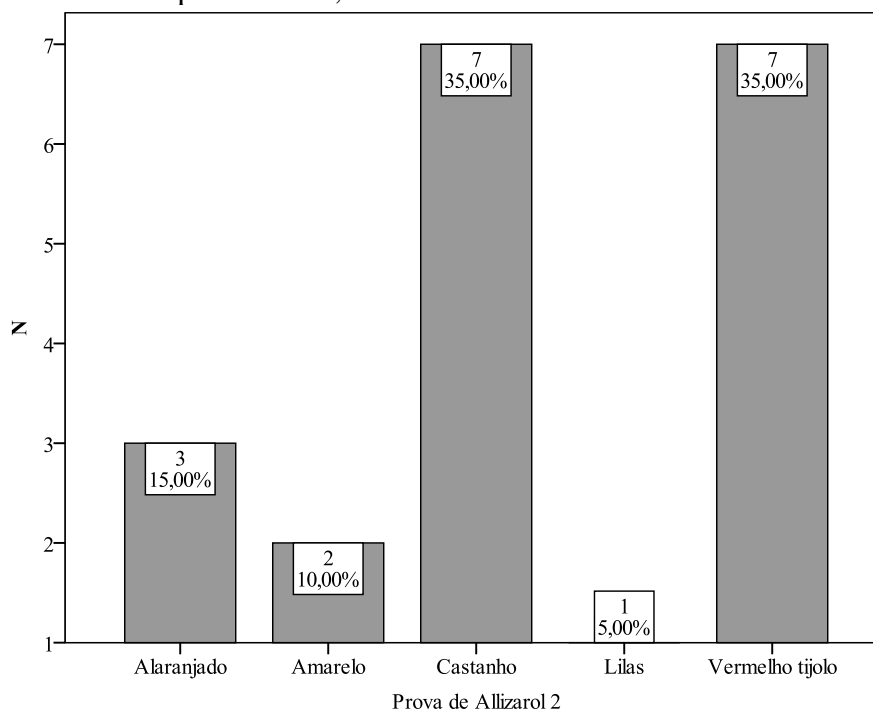
**Figura 2:** Pesquisa de fraude para o teste de alizarol da primeira coleta do leite cru coletado em 20 fazendas do Município de Codó, Maranhão.



Fonte: Próprio Autor

Em relação às 20 amostras da segunda coleta (Figura 3), os resultados mais frequentes foram amostras com estabilidade ao alizarol com coloração vermelho tijolo e instabilidade ao alizarol com coloração castanho, ambas com 35% de frequência, seguida pelas amostras instáveis ao alizarol com coloração alaranjada que representou 15%, também obtiveram – se amostras instáveis ao alizarol com coloração amarela e lilás com 10% e 5% de frequência cada uma.

**Figura 3:** Pesquisa de fraude para o teste de alizarol da segunda coleta do leite cru coletado em 20 fazendas do Município de Codó, Maranhão.



Fonte: Próprio Autor

A prova do alizarol é um teste de estabilidade térmica e também indicador de pH, portanto as amostras que apresentaram estabilidade ao alizarol indicam que o leite está apto a receber tratamento térmico na usina de beneficiamento, as que apresentaram coloração vermelho tijolo estavam com a acidez aceitável, as que apresentaram coloração alaranjada, amarelo e marrom foram consideradas ácidas e a amostra que apresentou coloração lilás é considerada alcalina.

Fatores como alta contagem bacteriana no leite e falta de higiene na ordenha podem provocar o aumento da acidez. Já o leite alcalino pode ser indicador de mastite no animal

A IN 76 do MAPA preconiza que o leite deve ser estável ao alizarol, portanto na primeira coleta apenas 14 amostras (70%) estavam em conformidade com a legislação. No entanto na segunda coleta apenas 07 amostras (35%) apresentaram conformidade com a legislação. Esta diferença de 50% entre as coletas pode ser explicada pela interferência de fatores como o tempo excedido para o processamento de algumas amostras, uma vez que as propriedades eram distantes uma da outra e o município de Codó distante da capital São Luís, então algumas vezes foram ultrapassadas as 24 horas para o início das análises e por mais que as mesmas tenham sido acondicionadas e transportadas corretamente, a acidez do leite aumenta muito rápido.

Para as amostras de leite pasteurizado analisadas, todas as 04 (100%) apresentaram coloração vermelho tijolo e foram estáveis ao alizarol, portanto, todas em conformidade com a legislação.

A Tabela 1 apresenta os resultados dos parâmetros físico-químicos encontrados na 1ª e 2ª coleta do leite cru e a Tabela 2 apresenta os resultados dos parâmetros físico-químicos para o Leite Pasteurizado.

**Tabela 1:** Estatística sumária detalhada das análises físico-químicas das duas coletas do leite cru coletado em 20 propriedades do Município de Codó, Maranhão (\*EST: Extrato Seco Total/ ESD: Extrato Seco Desengordurado).

Primeira coleta				
Variáveis	N	Mínimo	Máximo	Média ± Desvio Padrão
Acidez Titulável (g/100mL)	20	0,16	0,31	0,22 ± 0,39
pH	20	5,89	7,26	6,77 ± 0,30
Proteínas (g/100g)	20	1,10	6,31	3,46 ± 0,97
Lipídio (g/100g)	20	1,68	5,97	3,13 ± 1,37
Densidade a 15°C	20	1,018	1,032	1,03 ± 0,01
EST (g/100g)	20	8,52	15,14	10,93 ± 1,72
ESD (g/100g)	20	5,84	9,19	7,76 ± 0,85
Cinzas (%)	20	0,50	4,80	0,91 ± 0,93
Alcalinidade das Cinzas (%)	20	0,01	0,04	0,03 ± 0,01
Segunda Coleta				
Variáveis	N	Mínimo	Máximo	Média ± Desvio Padrão
Acidez Titulável (g/100mL)	20	0,17	0,28	0,21 ± 0,31
pH	20	6	7	6,52 ± 0,31
Proteínas (g/100g)	20	2,92	3,66	3,34 ± 0,22
Lipídio (g/100g)	20	1,68	5,54	3,62 ± 1,27
Densidade a 15°C	20	1,023	1,032	1,03 ± 0,01
EST (g/100g)	20	8,52	14,01	11,39 ± 1,67
ESD (g/100g)	20	6	9	7,75 ± 0,69
Cinzas (%)	20	0,25	0,95	0,60 ± 0,17
Alcalinidade das Cinzas (%)	20	0,02	0,04	0,03 ± 0,01

Fonte: próprio autor

**Tabela 2:** Estatística sumária das análises físico-químicas do leite pasteurizado integral coletado na usina de beneficiamento do município de Codó.

Variáveis	N	Mínimo	Máximo	Média ± Desvio Padrão
Acidez (g/100mL)	4	0,18	0,22	0,20 ± 0,19
pH	4	6,90	6,95	6,92 ± 0,24
Proteína (g/100g)	4	3,07	3,60	3,32 ± 0,22
Lipídeo (g/100g)	4	2,45	3,50	3,08 ± 0,45
Densidade a 15°C	4	1,025	1,028	1,03 ± 0,01
EST (g/100g)	4	11,14	12,24	11,84 ± 0,51
ESD (g/100g)	4	8,30	9,04	8,76 ± 0,35
Cinzas (%)	4	0,58	0,69	0,63 ± 0,05

Alcalinidade das Cinzas (%)	4	0,02	0,03	0,02 ± 0,01
-----------------------------	---	------	------	-------------

Fonte: Próprio Autor

Avaliando – se os valores das duas coletas para a análise de acidez titulável do leite cru (Tabela 1), verificou – se que na primeira coleta, numericamente, seu valor mínimo foi de 0,16g/100ml, valor máximo de 0,31g/100ml e média de  $0,22 \pm 0,39$ g/100ml. Já na segunda coleta, o valor mínimo foi de 0,17g e máximo de 0,28g, com valor médio de  $0,21 \pm 0,31$ g/100ml.

A legislação vigente estabelece que a acidez titulável permitida para o leite cru esteja entre 0,14 e 0,18g/mL. Percebeu – se que apesar de haverem amostras com a acidez dentro do padrão, as médias obtidas na primeira e segunda coleta foram de valores acima do permitido.

Segundo Foschiera (2004), a transformação da lactose em ácido láctico, assim como fatores como higiene inadequada na ordenha, determinadas sujidades de vacas malcuidadas, tempo elevado para o transporte e armazenamento, recipiente sujo e leite refrigerado durante vários dias são fatores que contribuem para provocar a elevação na acidez. Após a ordenha o leite cru armazenado e resfriado adequadamente pode ter um retardo no crescimento de micro-organismos e conseqüentemente, na acidificação da matéria prima (FOSCHIERA, 2004).

A análise estatística dos dados da análise de Acidez Titulável confirmou que este parâmetro está em desconformidade com a Normativa, pois os valores foram maiores que a variação instituída, tanto para o valor mínimo (Primeira coleta:  $t = 9,174$ ;  $gl = 19$ ;  $p = 0,000$ / Segunda coleta:  $t = 10,554$ ;  $gl = 19$ ;  $p = 0,000$ / Geral:  $t = 13,921$ ;  $gl = 39$ ;  $p = 0,000$ ), como para o máximo (Primeira coleta:  $t = 4,529$ ;  $gl = 19$ ;  $p = 0,000$ / Segunda coleta:  $t = 4,849$ ;  $gl = 19$ ;  $p = 0,000$ / Geral:  $t = 6,642$ ;  $gl = 39$ ;  $p = 0,000$ ).

Na análise de acidez titulável para o leite pasteurizado (Tabela 2) obtiveram – se os seguintes resultados, 0,18g para mínimo e 0,22g para máximo, com média de  $0,20 \pm 0,19$ g. Portanto, os valores médios e máximo estão, numericamente, maiores que o permitido pela legislação. Porém comparando – se estatisticamente os resultados com a legislação, a acidez está em conformidade com a normativa, tanto para o valor mínimo instituído ( $t = 5,745$ ;  $gl = 3$ ;  $p = 0,010$ ), como para o máximo ( $t = 1,567$ ;  $gl = 3$ ;  $p = 0,215$ ).

Os resultados obtidos na primeira e segunda coleta, respectivamente, para a análise de pH do leite cru (Tabela 1) apresentaram valor mínimo de 5,89 e 6, máximo de 7,26 e 7, com valor médio de  $6,77 \pm 0,30$  e  $6,52 \pm 0,31$  como demonstrado na Tabela 1. De acordo com os dados da Embrapa o pH do leite cru possui uma discreta acidez, variando entre 6,6 e 6,8. Se a

vaca ordenhada estiver com mastite o leite tenderá a ficar alcalino e pode chegar a 7,3 - 7,5. Este dado explica o pH alcalino que foi encontrado em uma das amostras tanto na primeira como na segunda coleta, esta amostra foi a mesma que foi considerada alcalina no teste do alizarol, portanto apresentando uma forte possibilidade de presença de mastite no animal.

O pH do leite pasteurizado (Tabela 2) apresentou valor mínimo de 6,90, máximo de 6,95 e médio de  $6,92 \pm 0,24$ . Portanto um valor próximo ao recomendado.

Com relação a proteína, os valores na primeira coleta (Tabela 1) foram de 1,10 g/100g para valor mínimo, 6,31g/100g máximo e valor médio de  $3,46 \pm 0,97$ g/100g; enquanto que na segunda coleta o valor mínimo foi de 2,92 g/100g, máximo de 3,66 g/100g, com valor médio de  $3,34 \pm 0,22$  g/100g. Sendo assim, numericamente, a média está dentro do permitido pela Instrução Normativa nº76, em que o teor mínimo instituído é de 2,9g/100g.

O autor Carvalho (2000) afirma que fatores como a falta de glicídios não estruturais na dieta, falta de proteína solúvel, falta de proteína degradável, falta ou proporção inadequada de aminoácidos essenciais, fornecimento de gordura e baixo teor de matéria seca na dieta das fêmeas leiteiras podem ocasionar um baixo teor de proteínas no leite. A fraude por aguagem também interfere na quantidade de proteínas do leite

Porém o valor baixo de proteínas encontrado em amostras de leite da primeira coleta pode ter sido influenciado por um problema de logística para a realização das análises de proteínas durante a execução da pesquisa, pois como a demanda de análises no laboratório onde foram realizadas estas análises é muito grande, algumas amostras ficaram refrigeradas por mais tempo do que deveria, o que ocasionou na desnaturação das proteínas das referidas amostras.

Comparando – se estatisticamente os valores de proteínas com o recomendado pela legislação, conclui – se que este parâmetro está em conformidade com a normativa (Primeira coleta:  $t=2,196$ ;  $gl=19$ ;  $p=0,041$ / Segunda coleta:  $t=7,063$ ;  $gl=19$ ;  $p=0,000$ / Geral:  $t=3,755$ ;  $gl=39$ ;  $p=0,001$ )

Para o leite pasteurizado (Tabela 2), os valores de proteínas foram, mínimo de 3,07 g/100g, máximo de 3,60 g/100g e médio de  $3,32 \pm 0,22$ g/100g. Todos os valores estavam dentro do recomendado pela legislação. Estes valores encontrados diferiram do valor contido na embalagem, sendo inferior, pois a embalagem descreve um total de 8g de proteína em 200ml de leite, sendo portanto, o valor esperado para 100ml de 4g. Os dados estatísticos foram ( $t= 2,982$ ;  $gl=3$ ;  $p=0,58$ ), portanto comprovando – se a conformidade com a legislação.

comparando – se estatisticamente os dados obtidos com os valores obtidos com os descritos na embalagem verificou – se conformidade ( $t = -6,286$ ;  $gl = 3$ ;  $p = 0,008$ ).

O resultado da análise de lipídios do leite cru (Tabela 1) apresentou valores de 1,68g/100g para mínimo, 5,97 g/100g para máximo e médio de  $3,13 \pm 1,37$  g/100g, para a primeira coleta. Na segunda coleta, valores de 1,68 g/100g para mínimo, 5,54 g/100g para máximo e valor médio de  $3,34 \pm 1,27$ g/100g. Portanto, numericamente, a média encontra-se dentro do permitido pela IN nº76, em que o teor mínimo de gordura é de 3,0g/100g.

A redução na gordura do leite pode ocorrer em duas situações: quando o ambiente ruminal está alterado pela falta de fibra ou excesso de grãos e quando há presença de gordura insaturada na dieta, gerando *ácidos* graxos e trans pela biohidrogenação incompleta (CARVALHO, 2000)

Comparando estatisticamente os dados obtidos nesta análise da primeira, segunda e da soma das duas coletas do leite cru com os valores de referência da Instrução Normativa nº76 verificou – se conformidade com o estabelecido (Primeira coleta:  $t = 0,115$ ;  $gl = 19$ ;  $p = 0,910$ / Segunda coleta:  $t = 12,715$ ;  $gl = 19$ ;  $p = 0,000$ / Geral:  $t = 1,357$ ;  $gl = 39$ ;  $p = 0,182$ ).

Para o leite pasteurizado (Tabela 2), o resultado da análise de lipídios apresentou valor mínimo de 2,45 g/100g, máximo de 3,50 g/100g e médio de  $3,08 \pm 0,45$  g/100g. Somente o valor mínimo, numericamente, apresentou-se fora do padrão exigido, bem como também se apresentou inferior com o descrito na embalagem, na qual descreve que o produto tem 11g de lipídios em 200ml, consequentemente 5,5g em 100ml.

Os dados estatísticos comparados com a legislação para esta análise no leite pasteurizado apresentaram conformidade, os valores obtidos foram ( $t = -0,034$ ;  $gl = 3$ ;  $p = 0,975$ ). Ao serem comparados estatisticamente os dados com as informações preconizadas na embalagem, a quantidade de lipídios diferiu ( $t = -10,822$ ;  $gl = 3$ ;  $p = 0,002$ ), sendo inferior ao descrito.

O resultado da análise de densidade variou de 1,018 a 1,032 com média de  $1,03 \pm 0,01$  na primeira e segunda coleta como é demonstrado na Tabela 1. A legislação brasileira determina que a densidade relativa do leite a 15°C deve se encontrar entre 1,028-1,034. (BRASIL, 2018). Assim a média das amostras analisadas encontraram - se com valores dentro do permitido. Estes achados corroboram os de Fernandes e Maricato (2011) que ao analisarem 50 amostras de leite cru destinadas a um laticínio em Bicas – MG obtiveram valores para densidade que variaram de 1,028-1,031. Esta análise é importante no que se refere a adulteração do leite, pois a adição de água leva a diminuição da densidade e a retirada de



gordura resultam em seu aumento. A densidade também fornece importante informação para a determinação do extrato seco total, juntamente com a porcentagem de gordura do leite (NASCIMENTO, 2016).

Do ponto de vista estatístico, a densidade apresentou conformidade com o valor mínimo (Primeira coleta:  $t=0,466$ ;  $gl: 19$ ;  $p= 0,647$ / Segunda coleta:  $t= -1,325$ ,  $gl: 19$ ,  $p= 0,201$ / Geral:  $t= -1,182$ ;  $gl: 39$ ;  $p=0,244$ ), mas com o valor máximo diferiu estatisticamente, sendo inferior (Primeira coleta:  $t= -8,451$ ;  $gl=19$ ;  $p=0,000$ / Segunda coleta:  $t= -11,925$ ;  $gl= 19$ ;  $p=0,000$ / Geral:  $t=-14,074$ ;  $gl= 39$ ;  $p=0,000$ ), ou seja, a densidade analisada do leite cru apresentou-se no limite recomendado para o valor de referência mínimo.

Para o leite pasteurizado (Tabela 2), os valores mínimo e máximo obtidos respectivamente foram de 1,025 e 1,028 sendo o valor médio 1,03 com desvio padrão de 0,01. De acordo com os dados estatísticos a densidade das amostras de leite pasteurizado integral está em conformidade com a legislação tanto para o valor mínimo exigido ( $t= -1,000$ ;  $gl=3$ ;  $p= 0,391$ ), como para o máximo ( $t= 9,000$ ;  $gl=3$ ;  $p= 0,003$ ).

O Extrato Seco Total (EST) para o leite cru (Tabela 1) apresentou valor mínimo igual nas duas coletas, sendo esse de 8,52%, porém diferiu nos valores máximo e médio, apresentando respectivamente, na primeira e segunda coleta valores máximos de 15,14% e 14,01% e médios de  $10,93 \pm 1,72 \%$  e  $11,39 \pm 1,67\%$ . Com exceção dos valores mínimos observados, os demais, numericamente, estão em conformidade com a IN nº76, em que o teor mínimo é de 11,4g/100g.

Estes resultados são semelhantes aos encontrados por Lacerda (2008) que ao analisar o leite cru de 20 propriedades dos municípios de Miranda do Norte, Itapecurú – Mirim e Santa Rita – MA encontrou valores de EST que variaram entre 10, 61 – 14,57g/100g.

O EST para o leite cru apresentou desconformidade com a legislação na primeira coleta, mas na segunda coleta e na análise geral apresentou normalidade (Primeira coleta:  $t= 28,404$ ;  $gl=19$ ;  $p= 0,000$ / Segunda coleta:  $t=0,259$ ;  $gl= 19$ ;  $p= 0,791$ / Geral:  $t= -1,238$ ;  $gl= 39$ ;  $p= -0,223$ ).

Com relação ao Extrato Seco Desengordurado (ESD) para o leite cru (Tabela 1), na primeira coleta o valor mínimo foi de 5,84%, máximo de 9,19% e médio de  $7,75 \pm 0,85 \%$ . Já na segunda coleta, o valor mínimo foi de 6%, máximo de 9% e médio de  $7,75 \pm 0,69 \%$ . Com isso, somente os valores máximos das duas coletas estão, numericamente, de acordo com o teor mínimo de 8,49/100g, conforme se encontra na Instrução Normativa nº76.

Com relação ao EST para o leite pasteurizado (Tabela 2), o valor mínimo foi de 11,14 %, máximo de 12,24 % e médio de  $11,84 \pm 0,51$  %. O ESD registrou o valor mínimo de 8,30 %, máximo de 9,04 % e médio de  $8,76 \pm 0,35$  %. Somente os valores mínimos apresentaram-se, numericamente, abaixo do instituído. Ao serem comparados estatisticamente os dados concluiu-se que estes dois parâmetros estão de acordo com a legislação vigente. EST ( $t=1,388$ ;  $gl=3$ ;  $p=0,259$ ) e o ESD ( $t=1,565$ ;  $gl=3$ ;  $p=0,216$ ).

Os valores de cinzas para o leite cru (Tabela 1), foram, para a primeira coleta, 0,50% de valor mínimo, 4,80% para máximo e média de  $0,91 \pm 0,93$  %. Já na segunda coleta foi de 0,25% para mínimo, 0,95% para máximo e média de  $0,60 \pm 0,01$  %.

Apesar deste parâmetro não está no RTIQ do leite cru e pasteurizado, ele é muito importante para a determinação centesimal dos componentes do leite, também é uma análise indicadora de fraude e seus valores de referências variam de 0,65 a 0,85% (BRASIL, 2006).

Apesar da ocorrência de uma amostra com o valor muito alto, a média geral está próxima ao limite preconizado.

Para o leite pasteurizado (Tabela 2), as cinzas tiveram valor mínimo de 0,58%, máximo de 0,69% e médio de 0,63%, com desvio padrão de 0,05. Ou seja, com o valor médio também próximo do recomendado.

A Alcalinidade das Cinzas para o leite cru (Tabela 1), apresentou valores, na primeira coleta, de 0,01% para mínimo, 0,04% para máximo, e média de  $0,03 \pm 0,01$ %; e na segunda coleta, valor mínimo de 0,02%, máximo de 0,04% e média de  $0,03 \pm 0,01$  %.

A análise de alcalinidade das cinzas é uma indicadora de fraude, pois com o crescimento de substâncias alcalinas no leite, a alcalinidade das cinzas aumenta. Seus valores de referências variam de 0,015% a 0,030%, valores muito acima destes indicam adulteração no leite (BRASIL, 2006). Portanto todas as amostras analisadas estavam no limite recomendado.

Os resultados da alcalinidade das cinzas para o leite pasteurizado (Tabela 2) estiveram todos em conformidade com o preconizado, o valor mínimo foi de 0,02 % e o máximo 0,03 % e o valor médio  $0,02 \pm 0,01$  %.

Entre a primeira e segunda coleta, houve um intervalo de 45 dias, onde nesse período foram feitas orientações aos produtores sobre boas práticas na ordenha afim de que com a adoção destas práticas pelos produtores, a qualidade do leite fosse melhorada.

## 5.2 Resultados das Análises de detecção de fraudes para o Leite Cru e Pasteurizado

Para a pesquisa de fraude do leite cru (Tabela 3), todas as amostras de amido, peróxido de hidrogênio, formol, sacarose, cloretos, fosfatase alcalina e neutralizante de acidez apresentaram resultados negativos, sendo apenas as análises de pesquisa enzimática, a fosfatase alcalina e peroxidase, positivas, tanto para a primeira como para a segunda coleta. Portanto em conformidade com a legislação que proíbe a adição de substâncias adulterantes no leite.

**Tabela 3:** Pesquisa de fraude no leite cru coletado em 20 fazendas do Município de Codó, Maranhão.

Itens analisados		N	%
Amido	Negativo	40	100,00
Peróxido de Hidrogênio	Negativo	40	100,00
Formol	Negativo	40	100,00
Sacarose	Negativo	40	100,00
Cloretos	Negativo	40	100,00
Fosfatase Alcalina	Positivo	40	100,00
Peroxidase	Positivo	40	100,00
Neutralizante de acidez	Negativo	40	100,00

Fonte: próprio autor

Para o leite pasteurizado (Tabela 4), os resultados foram iguais, aos do leite cru, diferindo somente no parâmetro Fosfatase Alcalina que deu negativa, indicando assim que o processo de pasteurização foi eficiente.

**Tabela 4:** Pesquisa de fraude no leite pasteurizado coletado na usina de beneficiamento do Município de Codó, Maranhão.

Itens analisados		N	%
Amido	Negativo	04	100,00
Peróxido de Hidrogênio	Negativo	04	100,00
Formol	Negativo	04	100,00
Sacarose	Negativo	04	100,00
Cloretos	Negativo	04	100,00
Fosfatase Alcalina	Negativo	04	100,00
Peroxidase	Positivo	04	100,00
Neutralizante de acidez	Negativo	04	100,00

Fonte: próprio autor

### 5.3 Resultados das Análises físico – químicas para o queijo minas padrão

A tabela 5 expressa todos os resultados obtidos nas análises físico – químicas para o queijo minas padrão.

**Tabela 5:** Estatística sumária das análises físico-químicas do queijo (100g) coletado na usina de beneficiamento do município de Codó, Maranhão

Variáveis	Nº	Mínimo	Máximo	Média ± Desvio Padrão
Acidez Titulável (g)	4	0,08	0,10	0,09 ± 0,01
pH	4	5,17	6,34	5,46 ± 0,59
Proteína (%)	4	2,38	4,72	3,40 ± 1,01
Lipídeo (%)	4	5,70	16,98	11,26 ± 6,27
Umidade e Voláteis (%)	4	41,00	57,08	45,02 ± 8,04
Sólidos Totais (%)	4	42,91	59,00	54,98 ± 8,05
Cinzas (%)	4	4,44	4,65	4,49 ± 0,11

Fonte: próprio autor

Com relação às análises físico-químicas do queijo minas padrão (Tabela 4), a acidez apresentou valor mínimo de 0,08g, máximo de 0,10g e médio de  $0,09 \pm 0,01$ g.

O pH apresentou valor mínimo de 5,17, máximo de 6,34 e médio de  $5,46 \pm 0,59$ .

A proteína apresentou valor mínimo de 2,38%, máximo de 4,72% e médio de  $3,40 \pm 1,01$  %. Na embalagem, o valor descrito é de 10% para 30g, portanto, para 100g de queijo, contém 33,3% de proteína, ou seja, o queijo apresenta, numericamente, valor diferente do que está descrito na embalagem, assim como o lipídio, que apresentou, numericamente, 5,70% para valor mínimo, 16,98 % para valor máximo e  $11,26 \pm 6,27$  % para valor médio. Na embalagem, o valor descrito é de 15% para 30g, ou seja, para 100g deveria conter 50%, estando a embalagem, numericamente, de acordo com a Proposta de Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade do Queijo Minas Padrão, que institui que o lipídio pode variar de 42 % a 57%. No entanto, o valor de lipídio analisado neste trabalho possui valor inferior ao instituído pelo Regulamento, assim como para a embalagem.

A Umidade e Voláteis teve 41% para valor mínimo, 57,08% para valor máximo e  $45,02 \pm 8,04$  % para valor médio, estando, numericamente, em conformidade com a Proposta de Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade do Queijo Minas Padrão, que institui que o teor de umidade pode variar de 36 % a 54,9%.

Os Sólidos Totais tiveram valor mínimo de 42,91%, máximo de 59,00% e valor médio de  $54,98 \pm 8,05$  %.

As cinzas apresentaram 4,44% para valor mínimo, 4,65% para valor máximo e  $4,49 \pm 0,11$  % para valor médio.

Comparando estatisticamente os dados físico-químicos do queijo minas padrão com os valores de referência da Proposta de Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade do Queijo Minas Padrão, o parâmetro Umidade e Voláteis apresentou-se em conformidade, tanto para o valor mínimo exigido ( $t=2,224$ ,  $gl=3$ ;  $p=0,111$ ), como para o máximo ( $t= 2,224$ ;  $gl= 3$ ;  $p= 0,112$ ).

O parâmetro que apresentou desconformidade com a Proposta de Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade do Queijo Minas Padrão foi o Lipídios, tanto para o valor mínimo instituído ( $t=-9,801$ ;  $gl= 3$ ;  $p=0,002$ ), quanto para o valor máximo ( $t= -13,627$ ;  $gl= 3$ ;  $p=0,001$ ), assim como para o descrito na embalagem ( $t= -12,351$ ;  $gl=3$ ;  $p=0,001$ ).

O parâmetro proteínas do queijo minas padrão apresentou desconformidade com a embalagem, sendo inferior ao descrito ( $t=-59,478$ ;  $gl=3$ ;  $p=0,000$ ).

#### 5.4 Resultados das Análises físico – químicas para o iogurte

A tabela 6 expressa todos os resultados obtidos nas análises físico – químicas para o iogurte.

**Tabela 6:** Estatística sumária das análises físico-químicas do iogurte (100ml) coletado na Associação dos Produtores de Leite de Codó – APLEC

Variáveis	Nº	Mínimo	Máximo	Média $\pm$ Desvio Padrão
Acidez Titulável (g)	6	0,58	0,94	$0,77 \pm 0,12$
pH	6	4,09	4,09	$4,09 \pm 0,01$
Proteína (%)	6	0,89	3,25	$1,80 \pm 0,85$
Lipídio (%)	6	1,94	1,97	$1,96 \pm 0,01$
Umidade e Voláteis (%)	6	80	80	$80,00 \pm 0,01$
Sólidos Totais (%)	6	20	20	$20,00 \pm 0,01$
Cinzas (%)	6	0,10	0,48	$0,34 \pm 0,15$

Fonte: próprio autor

Para as análises físico-químicas do iogurte (Tabela 6), a acidez titulável apresentou 0,58g para o valor mínimo, 0,94g para o valor máximo e  $0,77 \pm 0,12$ g para o valor médio. Esses valores apresentam-se, numericamente, de acordo com a Normativa nº 46 (outubro de 2017), que determina o valor de acidez aceitável para o iogurte variando de 0,6 a 1,5g.

Para a análise de pH obteve – se valores mínimo e máximo 4,09, e média de  $4,09 \pm 0,01$ .

A análise de proteínas apresentou valor mínimo de 0,89 %, máximo de 3,25 % e médio de  $1,80 \pm 0,85$  %. Numericamente, o mínimo e a média foram inferiores ao teor mínimo exigido para a proteína na Normativa, que é de 2,9g/100ml, assim como para o valor descrito na embalagem, que descreve 9% para 200ml, ou seja, para 100ml esse valor é 4,5%.

O lipídio apresentou o valor mínimo de 1,94%, máximo de 2,97% e médio de  $1,96 \pm 0,01$  %, estando, numericamente, divergente, tanto para a normativa, em que o teor de lipídio deve ser de 2,9g para 100ml, assim como para os valores contidos na embalagem, que descrevem 7% de lipídios para 200ml, sendo portanto, ideal o valor de 3,5% de lipídio para 100ml.

Para a umidade e voláteis tiveram valor mínimo e máximo de 80 %, e valor médio de  $80 \pm 0,01$  %.

Os valores numéricos dos Sólidos Totais foram de 20% para mínimo e máximo e médio de  $20 \pm 0,01$  %.

As cinzas apresentaram 0,10 %, 0,48 % e  $0,34 \pm 0,15$  %, para os valores mínimo, máximo e médio, respectivamente.

Comparando estatisticamente os dados físico-químicos do iogurte com os valores de referência da Normativa nº46, o valor de lipídio está dentro do instituído ( $t = -210,190$ ;  $gl = 5$ ;  $p = 0,000$ ), assim como a acidez, tanto para o limite mínimo ( $t = 3,499$ ;  $gl = 5$ ;  $p = 0,17$ ), como para o máximo ( $t = -15,027$ ;  $gl = 5$ ;  $p = 0,000$ ) e a proteína ( $t = -3,167$ ;  $gl = 5$ ;  $p = 0,025$ ). Já de acordo com a embalagem, o lipídio diferiu, estando abaixo do descrito ( $t = -3,167$ ,  $gl = 5$ ;  $p = 0,000$ ); porém a embalagem para este parâmetro está em desconformidade com a Normativa. A proteína também diferiu, estando abaixo do descrito na embalagem ( $t = -7,718$ ;  $gl = 5$ ;  $p = 0,001$ ).

## CONCLUSÕES

A partir dos resultados obtidos no presente estudo, pode-se concluir que:

- O leite cru analisado possui alguns parâmetros em desacordo com a legislação vigente;
- O leite pasteurizado apresentou parâmetros em conformidade com a Instrução Normativa;
- Foi comprovada a ausência de substâncias adulterantes no leite cru e pasteurizado;
- O queijo minas padrão apresentou parâmetros físico – químicos que estavam em desconformidade com os valores de referência e em desacordo com as informações contidas a embalagem
- O iogurte apresentou parâmetros físico – químicos em conformidade com a legislação, porém em desacordo com as informações do rótulo.

## REFERÊNCIAS

- ABAS, A.R.V. **Detecção de anticorpos e fatores de risco associados ao vírus da diarreia viral bovina (BVDV) em bovinos leiteiros na regional de Codó - MA – Brasil**. Dissertação (Mestrado em Defesa Sanitária Animal) – Universidade Estadual do Maranhão, 88 p, São Luís, 2014.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DAS INDÚSTRIAS DE ALIMENTAÇÃO - ABIA**. Números do Setor – Faturamento. 2018. São Paulo, SP, 2019. Disponível em: <<https://www.abia.org.br/vsn/anexos/faturamento2018.pdf>>. Acesso em: 07 out. 2019.
- AGED-MA**. Agência Estadual de Defesa Agropecuária do Maranhão. Relatório técnico mensal. Resultado oficial da 1ª etapa de vacinação contra febre aftosa, Codó - MA: 2019.
- ALMEIDA, T. V. Detecção de adulteração em leite: análises de rotina e espectroscopia de infravermelho. **Seminário apresentado ao Curso de Mestrado em Ciência Animal da Escola de Veterinária e Zootecnia da Universidade Federal de Goiás**. Goiania, 2013. 23p.
- BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA). **Programa Leite Saudável**. 2017. Disponível em: <<http://www.agricultura.gov.br/assuntos/sustentabilidade/programa-leite-saudavel/colecao-das-publicacoes-de-leite-saudavel>>. Acesso em: 19 de setembro de 2019.
- BRASIL. Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento. **Decreto nº 9.013, de 29 de março de 2017**. Regulamenta a inspeção industrial e sanitária de produtos de origem animal, que disciplina a fiscalização e a inspeção industrial e sanitária de produtos de origem animal, Brasília, DF, 2017.
- BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA). Departamento de Inspeção de Produtos de Origem Animal. Instrução Normativa n.º 76, de 26 de novembro de 2018. Aprova os Regulamentos Técnicos que fixam a identidade e as características de qualidade que devem apresentar o leite cru refrigerado, o leite pasteurizado e o leite pasteurizado tipo A. **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, Brasília, 30 de novembro de 2018. Seção 1, p.9.
- BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº 46 de 23 de outubro de 2007. Adota o Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade de Leites Fermentados, anexo à presente Instrução Normativa. **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, Brasília, 18 out. 2007. Seção 1.
- BRASIL. Ministério da Agricultura e do Abastecimento (MAPA). Secretaria de Defesa Agropecuária. Instrução Normativa n.º. 68 de 12 de dezembro de 2006. Oficializa Métodos Analíticos Oficiais Físico-Químicos, para controle de leite e produtos Lácteos. **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**. Brasília, DF, 14 dezembro de 2006. Seção 1, p. 8.
- CAPITANI, C.; HAUSCHILD, F. A. D.; FRIEDRICH, C. J.; LEHN, D. N.; Souza, C. F. V. Caracterização de Iogurtes Elaborados com Probióticos e Fibra Solúvel. **Revista Brasileira de Tecnologia Agroindustrial**. Universidade Tecnológica Federal do Paraná - UTFPR



Campus Ponta Grossa - Paraná – Brasil. ISSN: 1981-3686/ v. 08, n. 02: p. 1285-1300, 2014

CARVALHO, G. R.; ROCHA, D. T. **Desafios para a competitividade internacional.** Anuário Leite 2019. São Paulo, SP, 2019. p. 34-35.

CARVALHO, M. P. de. **Manipulando a composição do leite:** proteínas. 1 Curso online sobre qualidade do leite. Milkpoint. 2000.

HANDFORD, C. E.; CAMPBELL, K.; CHRISTOPHER, T. E. Impacts of Milk Fraud on Food Safety and Nutrition with Special. Emphasis on Developing Countries. **Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety.** Vol.15, 2016

CODÓ. In: WIKIPÉDIA, a enciclopédia livre. Flórida: Wikimedia Foundation, 2019. Disponível

em:<<https://pt.wikipedia.org/w/index.php?title=Cod%C3%B3&oldid=56157882>>. Acesso em: 4 set. 2019.

DÜRR, J. W.; CARVALHO, M. P. de; SANTOS, M. V. dos (Org.). **O compromisso com a qualidade do leite no Brasil.** Passo Fundo: UPF, 2004. 331 p.

EGITO A. S.; ROSINHA GMS.; LAGUNA L. E.; MICLO L.; GIRARDET J. M.; GAILLARD J. L. Método Eletroforético rápido para detecção da adulteração do leite caprino com leite bovino. **Arq. Bras. Med. Vet. Zootec.** 2006;58(5):932-9

EMBRAPA GADO DE LEITE. **Indicadores: Leite e Derivados.** Ano 10, n. 91 (Junho/2019) Juiz de Fora, 2019

**EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA - EMBRAPA.** pH do leite. Disponível

em:<[https://www.agencia.cnptia.embrapa.br/Agencia8/AG01/arvore/AG01\\_193\\_21720039246.html](https://www.agencia.cnptia.embrapa.br/Agencia8/AG01/arvore/AG01_193_21720039246.html)>. Acesso em: 10 set. 2019.

FAO. Food and Agriculture Organization. **Milk and dairy products in human nutrition.** Rome; 2013.

FAO. January 2015. Milk facts. Rome: Food and Agriculture Organization of the United Nations. Available from: <http://www.fao.org/assets/infographics/FAO-Infographic-milk-facts-en.pdf>. Acesso em 20/09/2019.

FAO. **Composição do leite.** Disponível em: <<http://www.fao.org>>. Acesso em: 08 abr. 2019.

FERNANDES, V. G.; MARICATO, E. Análises Físico-Químicas de Amostras de Leite Cru de um Laticínios em Bicas – MG. **Rev. Inst. Latic. Cândido Tostes**, Jul/Ago, nº 375, 65, 2010.

FONSECA, L. F. L. da; SANTOS, M. V. dos. **Qualidade do leite e controle de mastite.** São Paulo, SP. Lemos Editorial, 2000. 175 p.

FURTADO, M. M. Principais problemas dos queijos: Causas e Prevenção. São Paulo, Fonte Comunicações e Editora, 2005, 200p.

FURTADO, M. M. **Quesos típicos de latinoamérica**. São Paulo: Fonte Comunicações e Editora. 2005, 192p.

HILPERT K. F.; WEST S. G.; BAGSHAW D. M.; FISHELL, V.; BARNHART, L.; LEFEVRE, M.; MOST, M. M.; ZEMEL M. B., CHOW. M.; HINDERLITER, A. L.; KRIS-ETHERTON, P. M. **Effects of dairy products on intracellular calcium and bloodpressure in adults with essential hypertension**. J Am Coll Nutr. 2009; 28: 142–9.

HUTH, P. J.; PARK, K. M. **Influence of dairy product and milk fat consumption on cardiovascular disease risk: a review of the evidence**. Adv. Nutr. 2012; 3: 266-285.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz**. v. 1: Métodos químicos e físicos para análise de alimentos, 4. ed. São Paulo: IMESP, 2008, p. 790.

Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística - IBGE. **Pecuária**. 2018. Disponível em: <https://cidades.ibge.gov.br/brasil/ma/pesquisa/18/16532>. 12/09/2019.

Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística - IBGE. **População**. 2019. Disponível em: <https://cidades.ibge.gov.br/brasil/ma/codo/panorama>. Acessado em 12/09/2019.

LACERDA, L. M. **Qualidade do Leite e da Água de Propriedades Leiteiras nos Municípios De Miranda do Norte, Itapecurú – Mirim e Santa Rita – MA**. Tese (Doutorado em Ciência Animal) – Universidade Federal Rural Do Pernambuco, 88 p, Pernambuco, 2008.

LARSSON SC, MANNISTO S, VIRTANEN MJ, KONTTO J, ALBANES D, VIRTAMO J. **Dairy foods and risk of stroke**. Epidemiology. 2009; 20: 355–60.

LEITE, B. M. **Aspectos epidemiológicos e econômicos da certificação de propriedades leiteiras como livres de brucelose e tuberculose bovina** [dissertação de mestrado]. Brasília (DF): Universidade de Brasília; 2012.

LEITE J. R; A. F. S.; TORRANO, A. D. M.; GELLI, D. S. Qualidade microbiológica do leite tipo C pasteurizado comercializado em João Pessoa, Paraíba. **Revista Higiene Alimentar**, São Paulo, v. 14, n. 74, p. 45-49, 2000.

MACHADO, E.C.; FERREIRA, C. L. L. F.; FONSECA, L. M.; SOARES, F. M.; JÚNIOR, F. N. P. Características Físico-Químicas E Sensoriais Do Queijo Minas Artesanal Produzido Na Região Do Serro, Minas Gerais. **Ciênc. Tecnol. Aliment.**, Campinas, 24(4): 516-521, out.-dez. 2004.

MAHAN K. L, ESCOTT-STUMP S, REYMOND J. L. KRAUSE: **alimentos, nutrição e dietoterapia**. Tradução Cláudia Coana et al. Rio de Janeiro. Elsevier; 2012.

MINISTÉRIO DA AGRICULTURA, PECUÁRIA E ABASTECIMENTO - MAPA. Valor Bruto da Produção Agropecuária. 2018. Brasília, DF, 2019. Disponível em: <<http://www.agricultura.gov.br/assuntos/politicaagricola/valor-bruto-da-producao-agropecuaria-vbp>>. Acesso em: 07 out. 2019.

MARQUES, K. A. et al. Características físico-químicas e sensoriais de queijo minas padrão probiótico. **Revista do Instituto de Laticínios Cândido Tostes**, v. 66, n. 378, p. 17-25, 2011.

MELO, A.C.M; ALVES, L.M.C; COSTA, F.N. **Avaliação da qualidade microbiológica do queijo tipo Minas Padrão comercializado na Cidade de São Luís, MA**. Arq. Inst. Biol., São Paulo, v.76, n.4, p.547-551, out./dez., 2009.

MENSEN, J.F.R. **Controle da Qualidade: Análises físico-químicas do leite e derivados em uma indústria de beneficiamento de leite**. Dissertação (Graduação em Zootecnia) Universidade Federal do Paraná, CURITIBA, 2015.

MILKPOINT. Principais Fraudes em Leite. 2016. Disponível em:<<https://www.milkpoint.com.br/colunas/rafael-fagnani/principais-fraudes-em-leite100551n.aspx>>. Acesso em: 21setembro 2019.

Muniz LC, Madruga SW, Araújo CL. **Consumo de leite e derivados entre adultos e idosos no Sul do Brasil: um estudo de base populacional**. Ciência e Saúde Coletiva. 2013.

NADER FILHO, A, JÚNIOR, O. D. R., SCHOKEN-ITURRINO, R.P. **Avaliação das Características Microbiológicas do Leite Tipo B em Diferentes Pontos do Fluxograma de Beneficiamento**. Arquivo Brasileiro de Medicina Veterinária e Zootecnia, Belo Horizonte, v. 41, n. 1, p. 7-16, 1989.

OLIVEIRA FILHO, J. G. FIGUEREDO, H. A. S.; SILVA, E. R.; CRUZ, I. A. **Diagnóstico da Cadeia Produtiva de leite em uma Unidade Agropecuária de Ensino Técnico Federal**. Cadernos de Agroecologia, v. 9, n. 4, p. 1-5, 2014

ORDÓÑEZ, J. A. **Tecnologia de Alimentos: alimentos de origem animal**. Porto Alegre: Editora Artmed, 2005. p. 279.

PITHAN E SILVA, R.O.; BUENO, C.R.F.; RODRIGUES, P.B.Z. Aspectos relativos à produção de soro de leite no Brasil, 2007-2016. **Informações Econômicas**, v. 47, n. 2, 2017. Disponível em: <<http://www.iea.sp.gov.br/ftp/iea/ie/2017/tec1-0417.pdf>>. Acesso em: 4 de agosto de 2019.

FERNANDÉZ-ORTEGA, M. **Consumo de fuentes de calcio en adolescentes mujeres em Panamá**. Arch Latinoam Nutr. 2008; 58(3):286-91.

HOPPU U, LEHTISALO J, TAPANAINEN H, PIETINEN P. **Dietary habits and nutrient intake of Finnish adolescents**. Public. Health Nutr. 2010; 13(6A): 965-72.

PEREIRA, P. C. **Milk nutritional composition and its role in human health**. Nutrition. 2014; 30(6):619-27

SANTANA, H. W.; FAGNANI, R.; SOUZA, C. H. B (org.). **Análises Físico – Químicas aplicadas no controle de qualidade de leite cru**. Londrina, UNOPAR editora, 2016.

SILVA, G.; SILVA, A. M. A. D. S.; Ferreira, M. P. B. **Processamento de Leite**. EDUFRPE. Recife, 2012.

SOEDAMAH-MUTHU, S. S.; DING, E. L.; AL-DELAIFY, W. K.; HUF; ENGBERING M.F.; WILLET, W. C.; GELEIJNSE, J. M. **Milk and dairy consumption and incidence of cardiovascular diseases and all-cause mortality: dose-response meta-analysis of prospective cohort studies.** Am J Clin Nutr. 2011; 93(1): 158-71.

SPINK J, MOYER, D. C. 2011. Defining the public health threat of food fraud. J. Food Sci 76(9):R157–63.

SONESTEDT, E.; WIRFALT, E.; WALLSTROM, P.; GULLBERG, B.; ORHO-MELANDER, M.; HEDBLAD B. **Dairy products and its association with incidence of cardiovascular disease: the Malmo diet and cancer cohort.** Eur J Epidemiol. 2011; 26: 609–18.

ZOCHE, F.; BERSOT, L.S.; BARCELLOS, V.C.; PARANHOS, J.K.; ROSA, S.T.M.; RAYMUNDO, N. K. Qualidade Microbiológica e Físico-Química do Leite Pasteurizado Produzido na Região Oeste do Paraná. **Archives of Veterinary Science** v.7, n.2, p.59-67, 2002