

Artigo Técnico

PESQUISA DE FRAUDE NO LEITE UAT INTEGRAL COMERCIALIZADO NO ESTADO DO RIO DE JANEIRO E COMPARAÇÃO ENTRE OS MÉTODOS DE ANÁLISES FÍSICO- QUÍMICAS OFICIAIS E O METÓDO DE ULTRASSOM

Research fraud in UHT whole milk marketed in the state of Rio de Janeiro and comparison between the methods of physicochemical officers and the method of ultrasound

Monalisa Santuchi ROBIM^{1}*

Marco Antonio Sloboda CORTEZ²

Adriana Cristina de Oliveira SILVA³

Rodolpho de Almeida Torres FILHO⁴

Nina Hama GEMAL⁵

Eduardo Bruno NOGUEIRA⁶

SUMÁRIO

A ocorrência de fraude no leite, como matéria-prima e pronto para consumo, representa um desfalque econômico e diminui o rendimento industrial, além de estar associado a problemas de saúde do consumidor. Os objetivos do presente trabalho foram: realizar um levantamento da qualidade do leite UAT comercializado no estado do Rio de Janeiro, por meio de análises físico-químicas e pesquisa da presença de fraudes e avaliar a eficácia dos métodos físico-químicos, comparando métodos oficiais de referência com o método de ultrassom. Para a comparação dos métodos de análise utilizaram-se os métodos oficiais e o método por ultrassom (Boecolac 70®). Não foi detectada presença de substâncias fraudulentas nas 58 amostras de leite UAT analisadas. O método de ultrassom apresentou baixa correlação com os métodos oficiais para as análises de densidade, gordura, crioscopia e extrato seco desengordurado. Os valores médios obtidos foram: 3,22% de gordura, crioscopia de - 0,5516°H, densidade de 1,029g/mL, pH de 6,69 e acidez de 0,1645% de ácido láctico. Os resultados apresentados nesta pesquisa fornecem subsídios para a tomada de decisões

- 1 Mestranda em Higiene Veterinária e Processamento Tecnológico de Produtos de Origem Animal, Departamento de Tecnologia dos Alimentos, Universidade Federal Fluminense, Niterói, Rio de Janeiro, Brasil. E-mail: monasantuchi@yahoo.com.br.
 - 2 Professor titular do Departamento de Tecnologia dos Alimentos, Universidade Federal Fluminense, Niterói, Rio de Janeiro, Brasil. E-mail: macortez@vm.uff.br.
 - 3 Professora titular do Departamento de Tecnologia dos Alimentos, Universidade Federal Fluminense, Niterói, Rio de Janeiro, Brasil. E-mail: vetdri@gmail.com.
 - 4 Professor titular do Departamento de Tecnologia dos Alimentos, Universidade Federal Fluminense, Niterói, Rio de Janeiro, Brasil. E-mail: ratf@vm.uff.br.
 - 5 Mestranda em Higiene Veterinária e Processamento Tecnológico de Produtos de Origem Animal, Departamento de Tecnologia dos Alimentos, Universidade Federal Fluminense, Niterói, Rio de Janeiro, Brasil. E-mail: ninahama@hotmail.com.
 - 6 Mestrando em Higiene Veterinária e Processamento Tecnológico de Produtos de Origem Animal, Departamento de Tecnologia dos Alimentos, Universidade Federal Fluminense, Niterói, Rio de Janeiro, Brasil. E-mail: ebrunonogueira@yahoo.com.br.
- * Autor para correspondência: Rua Esmeralda Alfenas da Fonseca, 76, Paraíso. Conceição de Macabu, Rio de Janeiro, Brasil. CEP: 28740-000 E-mail: monasantuchi@yahoo.com.br.

Recebido / Received: 05/03/2012

Aprovado / Approved: 01/08/2012

por parte de estabelecimentos beneficiadores e órgãos regulamentadores e fiscalizadores de leite e derivados no direcionamento da escolha dos métodos de controle de qualidade a serem praticados.

Palavras-chave: controle de qualidade; correlação; substâncias fraudulentas.

ABSTRACT

The fraud in raw milk as product and in the milk ready for consumption represents an economic embezzlement and decreased industrial output that can be associated with health problems to consumers. The objectives of this study were to survey the quality of UHT milk sold in the metropolitan region of Rio de Janeiro, through physical – chemical analysis and detection of the presence of fraud, evaluate the effectiveness of physical – chemical methods, comparing official methods reference to the method of ultrasound. For comparison of the analytical methods, the official methods and the ultrasound (70 Boecolac®) method by were used. The presence of fraudulent substances were not detected in 58 samples analyzed. The methods of ultrasound showed low correlation with the official methods for analysis of density, fat, freezing point and solids nonfat. The average values obtained were 3.22% fat, freezing point of -0.5516°H , density of 1.029g/ml, pH of 6.69, and acidity of 0,1645% lactic acid. The results presented in this study provide information for decisions taken by regulators, processors establishments and inspection of dairy products in directing the choice of methods of quality control to be practiced.

Keywords: quality control; correlation; fraudulent substances.

1 INTRODUÇÃO

A qualidade do leite consumido no país é uma constante preocupação dos técnicos e autoridades ligadas à área de saúde e laticínios. Um dos problemas encontrados no leite é a realização de diversas fraudes que causam prejuízos econômicos e riscos à saúde dos consumidores, além de problemas para as indústrias, como diminuição do rendimento industrial.

A legislação brasileira considera fraudado, adulterado ou falsificado o leite com adição de água; subtração de um dos componentes; adição de substâncias conservadoras ou de substâncias não permitidas; rotulado como categoria superior; estiver cru e for vendido como pasteurizado; e, for exposto ao consumo sem as devidas garantias de inviolabilidade (BRASIL, 2008).

Inicialmente, as fraudes almejavam obter aumento de volume do leite, mas, atualmente, visam também alterar as características e os componentes, com o intuito de receber bonificações em sistemas de pagamento por qualidade (VIOTTO; CUNHA, 2006), criando assim, competição desleal e impacto negativo na economia local ou mesmo internacional (GUAN et al., 2005). Alguns autores já relataram que a adição de água ao leite é uma prática comum realizada em diversas partes do mundo (MABROOK et al., 2006).

A detecção da ocorrência das fraudes é de suma importância para assegurar a qualidade do leite que chega ao consumidor, como alimento saudável e nutritivo, e para garantir o correto rendimento e as boas condições dos produtos derivados.

A Instrução Normativa nº 62 (BRASIL, 2011) que estabelece as características físico-químicas a

serem avaliadas no leite cru destinado ao processamento, bem como os métodos de referência para a análise de cada um deles, estabelece também, que tais métodos poderão ser substituídos por outros métodos de controle operacional, desde que sejam conhecidos os desvios e as correlações em relação aos respectivos métodos de referência.

O número de amostras a serem analisadas nos estabelecimentos beneficiadores bem como a frequência da realização das análises tendem a aumentar, tornando necessária a utilização de métodos analíticos que expressem resultados seguros em curto espaço de tempo. Exigindo procedimentos analíticos automatizados, mais rápidos e adequados para o trabalho em série (PONSANO et al., 2007).

Neste contexto, o uso da tecnologia de ultrassom além de ser uma técnica rápida e automatizada, apresenta diversas vantagens tais como: a realização de medidas diretamente nas amostras de leite refrigerado (5°C), a precisão da medida independente da acidez do leite, não utiliza reagentes e pode ser utilizada para qualquer tipo de leite fluido (LACTOSCAN, 2012).

Em vista disso, o objetivo dessa pesquisa foi a realização de um levantamento da qualidade de diferentes marcas de leite UAT integral comercializadas no estado do Rio de Janeiro, obtido por meio de pesquisa de fraudes e da comparação dos métodos de análise oficiais e do método de ultrassom.

2 MATERIAL E MÉTODOS

Para a avaliação do leite UAT comercializado no estado do Rio de Janeiro, foram realizadas três coletas, com intervalo bimestral, em diferentes pontos

do comércio varejista da cidade de Niterói e Rio de Janeiro, sendo avaliadas, num total, 58 amostras de leite UAT, de diferentes marcas. As amostras de leite foram analisadas no Laboratório de Tecnologia e Inspeção de Leite e Produtos Derivados da Faculdade de Medicina Veterinária da Universidade Federal Fluminense (UFF) – Niterói, Rio de Janeiro.

As técnicas de análises físico-químicas pelos métodos de referência utilizadas na avaliação das amostras de leite UAT foram baseadas na Instrução Normativa nº 68 (BRASIL, 2006), sendo: acidez titulável, álcool/alizarol, determinação do teor de gordura, extrato seco total e desengordurado, pH, densidade relativa e depressão do ponto de congelamento do leite (crioscopia).

Para comparar os resultados obtidos nas técnicas de referência com os das técnicas por espectroscopia de ultrassom, foi utilizado o Multi-analisador de Leite por Ultrassom (modelo, BoecoLAC 70, fabricante BOECO Alemanha), calibrado para análise do leite de vaca (DIAS et al, 2010).

Para a detecção de conformidades e não conformidades foram comparados os resultados obtidos nas análises de gordura, acidez titulável, estabilidade ao etanol a 72% (utilizando o alizarol) e extrato seco desengordurado com aqueles indicados no Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade do Leite UHT (BRASIL, 1997). Para os índices de crioscopia e a determinação da densidade, uma vez que estas análises não estão previstas no RTIQ do Leite UHT (BRASIL, 1997), foram utilizados os parâmetros descritos na Instrução Normativa nº 62 (BRASIL, 2011).

Em relação aos métodos para pesquisa de fraudes, foram adotados como referência, os métodos analíticos da Instrução Normativa nº 68 (BRASIL, 2006) e para a avaliação da fraude foram utilizados os requisitos previstos na Instrução Normativa nº 62 (BRASIL, 2011) e no Regulamento de Inspeção Industrial Sanitária de Produtos de Origem Animal

(BRASIL, 2008). Para a detecção da presença de fraudes foram utilizadas as metodologias específicas para: reconstituintes da densidade (amido e cloreto), conservantes (cloro e hipoclorito) e neutralizante de acidez.

Todas as análises quantitativas foram realizadas em triplicata e as médias utilizadas na análise estatística dos resultados.

Também foi realizada pesquisa da presença de substâncias antimicrobianas no leite pelo Teste ECLIPSE 50® (Cap-Lab).

Para a avaliação dos dados obtidos neste experimento foi realizada a estatística descritiva: média e desvio padrão e análise de frequência para todos os dados; e correlação de Pearson, análise de variância (ANOVA) e teste Wilcoxon para avaliar os resultados obtidos entre os métodos oficiais e de ultrassom e verificar a influência dos meses na composição e características físico-químicas utilizando o software SAS, a 0,05 de significância.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Avaliação do leite UAT

As médias dos resultados das análises de composição pelo método de ultrassom e pelos métodos oficiais realizadas nos meses de agosto, outubro e dezembro de 2010, e a respectiva média oriunda das três coletas, com um total de 58 amostras de leite UAT integral, estão dispostas na Tabela 1.

Comparando os resultados médios obtidos nos meses de agosto, outubro e dezembro, não foram encontradas diferenças estatisticamente significativas entre as médias avaliadas nos diferentes meses (ANOVA), demonstrando que não houve variação na composição e nas características físico-químicas do leite comercializado no estado do Rio de Janeiro durante esse período (Tabela 1). Esse resultado vai de acordo com o obtido por Rezer (2010) que, em

Tabela 1 – Médias dos resultados das análises de Extrato Seco Desengordurado (ESD) (%), lactose (%), gordura (%), proteína (%), minerais (%), densidade (g/mL) e crioscopia (°H), pelo método de ultrassom e pelos métodos oficiais, durante os meses de Agosto, Outubro e Dezembro de 2010, em diferentes marcas de leite UAT comercializadas no estado do estado do Rio de Janeiro.

	Ultra Som				Métodos Oficiais				
	Ago	Out	Dez	Média	Ago	Out	Dez	Média	
Gordura (%)	3,55	3,58	3,58	3,56	Gordura (%)	3,17	3,24	3,24	3,22
Densidade(g/mL)	1,031	1,031	1,031	1,031	Densidade(g/mL)	1,029	1,030	1,029	1,029
Crioscopia (°H)	-0,536	-0,516	-0,522	-0,524	Crioscopia (°H)	-0,549	-0,552	-0,553	-0,5516
ESD (%)	7,96	7,91	7,89	7,90	ESD (%)	8,23	8,28	8,22	8,24
Proteína (%)	3,24	3,14	3,13	3,16	EST (%)	11,41	11,53	11,46	11,47
Minerais (%)	0,62	0,62	0,62	0,62	Acidez (%)	0,16	0,15	0,17	0,16
Lactose (%)	4,14	4,12	4,11	4,12	pH	6,65	6,74	6,68	6,69

experimento parecido, avaliou as características físico-químicas de leites comercializados na região do Rio Grande do Sul, não observando diferença nas médias obtidas das amostras de leite UAT em dois períodos em que realizou a coleta das amostras, no inverno e na primavera de 2009.

Todas as amostras apresentaram-se de acordo com a legislação para o parâmetro gordura, tanto pela análise oficial, quanto pelo método de ultrassom. Esse resultado está de acordo com Martins et al. (2008) e Souza et al. (2004) que encontraram em seus experimentos todas as amostras dentro dos padrões de gordura estipulados pela legislação brasileira para leite UAT (BRASIL, 1997).

Segundo Fonseca; Santos (2001), os teores de proteína e gordura são importantes por fornecer informações sobre parâmetros nutricionais, metabólicos, ocorrência de fraudes e desnat, além de constituir um dado fundamental para a produção de derivados.

Todas as médias obtidas pelo método de ultrassom pra ESD desengordurado apresentaram-se abaixo do limite estabelecido pela legislação para leite UAT (BRASIL, 1997), que preconiza como limite mínimo para ESD um valor de 8,2%. Martins et al. (2008), também encontraram resultados inferiores ao estabelecido em 100% das amostras analisadas em seu experimento. Esses dados já diferem dos dados obtidos por Bernardi et al. (2006), que ao analisarem leite UAT obtiveram resultados dentro dos padrões para ESD em 100% das amostras.

A determinação do extrato seco total e desengordurado pode dar um indicativo da presença de fraudes no leite, principalmente por aguagem.

Os resultados das médias dos valores obtidos para acidez titulável (g ácido láctico/100g leite) pelo método oficial de referência foram respectivamente 0,16%, 0,15%, 0,17%, estando estas médias em acordo com a legislação vigente para leite UAT (BRASIL, 1997). Este dado vai de acordo com Rezer (2010), que em trabalho semelhante verificou médias de valores de acidez dentro do estabelecido pela legislação vigente.

Segundo a legislação, o leite UAT deve apresentar no mínimo 3% de gordura, acidez titulável entre 0,14% e 0,18%, e no mínimo 8,2% de ESD (BRASIL, 1997), para os demais parâmetros avaliados, foi utilizada como fonte de comparação dos resultados de proteína, densidade e crioscopia os padrões para o leite tipo A integral da Instrução Normativa nº 62, do Ministério da Agricultura e do Abastecimento (BRASIL, 2011). Sendo os limites aceitos para proteína/mínimo de 2,9%, densidade/15°C de 1,028 a 1,034g/mL e índice crioscópico/ máximo -0,530°H.

A média dos resultados encontrados para proteína, nesse experimento, foi de 3,16%, este resultado está de acordo com Rezer (2010), e Bernardi et al. (2006). Porém, em desacordo com João et al. (2008), e Martins et al. (2006), que encontraram valores de proteína abaixo de 2,9% em algumas amostras.

Os valores obtidos para densidade pelo método de ultrassom e pelo método oficial estão dentro da conformidade da legislação (BRASIL, 2011). Os resultados encontrados nesse experimento estão de acordo com o realizado por Rezer (2010), que verificou que as médias obtidas na análise de densidade estavam todas dentro dos limites estabelecidos na Instrução Normativa nº 51 (BRASIL, 2002). Porém, em desacordo com a pesquisa realizada por João et al. (2008), que verificaram 4 % das amostras de leite UAT analisadas fora do padrão de densidade. As médias obtidas para densidade para as amostras analisadas nas três coletas apresentaram-se de acordo com o padrão preconizado por legislação (BRASIL, 2002), que determina os valores em conformidade entre 1,028 a 1,034 g/mL.

A determinação da densidade serve como método de detecção de fraudes no leite no que se refere à desnatação ou a adição de água, apesar de não ser um teste conclusivo, pois leites com alto teor de gordura apresentam-se com valores de densidade menor em virtude da baixa densidade das gorduras (TRONCO, 2008). O desnat do leite e a adição de amido são alterações que fazem a densidade aumentar (AGNESE et al., 2002).

Em relação às médias de crioscopia obtidas pelo método de ultrassom durante esses meses, somente o mês de agosto obteve resultado em conformidade com a legislação (BRASIL, 2011), estando a média obtida das análises de todas as amostras, de -0,5243 °H, acima do limite máximo estabelecido por legislação.

Entretanto, na análise realizada por método oficial, especificamente para a crioscopia, os valores obtidos estariam um pouco mais baixos (-0,552 e -0,553°H) que o recomendado pelo RIISPOA (BRASIL, 2008) para o leite cru, que é de -0,550°H. Porém, durante o processamento do leite UAT, é comum a utilização de agentes estabilizantes como citrato e ou polifosfatos de sódio podendo alterar os valores mínimos da crioscopia.

De acordo com o regulamento técnico de identidade e qualidade do leite UAT (BRASIL, 1997) as únicas substâncias que podem ser adicionadas durante o preparo são o citrato de sódio, mono, di ou trifosfato de sódio, separados ou em combinação em uma quantidade não superior a 0,1g/100 mL, expressamente como adjuvantes de tecnologia.

Desta forma, a crioscopia com a finalidade de detecção de adições de substâncias solúveis utilizadas para confundir a análise do ponto de congelamento no leite UAT não seria uma técnica precisa. O mesmo ocorre com a análise de densidade. Segundo Martins et al. (2006), o teor de proteínas, a crioscopia e a análise da presença de carboidratos estranhos ao leite, quando combinados, indicam a adulteração do mesmo.

Muitos autores verificaram que o ponto de congelamento do leite apresenta-se relativamente constante, variando dentro de uma pequena faixa, já

que o índice crioscópico é bastante relacionado à lactose (FONSECA; SANTOS, 2001). Porém, alguns fatores podem acarretar em alterações deste índice. Uma diminuição do índice pode ser decorrente de aumento da acidez, congelamento do leite no tanque de expansão ou do aumento da concentração de solutos, tais como sal, açúcares e uréia. Já seu aumento pode estar relacionado com a adição de água ou características relacionadas com o rebanho (BEHMER, 1999).

Neste experimento, os valores obtidos para proteína estão de acordo com a legislação (BRASIL, 2011), com exceção das médias obtidas para lactose que é de 4,3% (BRASIL, 2008), uma vez que foram obtidos resultados entre 4,11 e 4,14%.

Segundo Martins et al. (2006), o teor de proteínas, a crioscopia e a análise da presença de carboidratos estranhos ao leite, quando combinados, indicam a adulteração do mesmo.

Rezer (2010) e Andrioli et al (2001), também verificaram em suas pesquisas resultados com médias dentro dos padrões para a crioscopia pela metodologia oficial. Contudo, Viegas et al. (2006) encontraram valores fora dos padrões em 10% das amostras analisadas em leite UAT, comercializada em Belo Horizonte – MG.

Os resultados das médias dos valores obtidos de pH pelo método oficial de referência encontraram-se em concordância com o estipulado por legislação (BRASIL, 2008). O pH do leite normal deve estar entre 6,6 e 6,7 (CORTEZ; CORTEZ, 2008). O leite possui fosfatos, citratos, caseína, albumina e dióxido de carbono dissolvido, que agem como agentes tampantes, que mantêm os valores de pH em níveis constantes (OLIVEIRA; CARUSO, 1996), desta forma os valores encontrados neste experimento para a acidez, apresentam variações ligeiramente maiores quando avaliados por meio de acidez titulável.

As amostras obtiveram resultado padrão em torno de 0,62% para teor de minerais, pelo método de ultrassom. Todas as amostras apresentaram-se estáveis para a prova do álcool 72% (BRASIL, 1997), estando de acordo com pesquisa realizada por Rezer (2010) e Martins et al (2008). Quanto às análises de pesquisa de fraudes, verificou-se resultado negativo em 100%

das amostras (58), este, vai de acordo com experimento realizado por Martins et al (2008).

Quanto à pesquisa realizada para detecção de substâncias antimicrobiana, não foi detectada amostra positiva. Esse resultado vai de acordo com pesquisa realizada por Rheinheimer et al. (2005).

De forma geral, os resultados obtidos das médias das análises oficiais para todas as amostras, nesse experimento, quanto aos parâmetros físico-químicos de gordura, acidez e ESD encontraram-se dentro do padrão exigido por legislação (BRASIL, 1997), estando, somente o resultado do teor de ESD, obtido por metodologia de ultrassom, abaixo do padrão estipulado.

3.2 Comparação entre os métodos de análises físico-químicas oficiais e o método de ultrassom

As análises de densidade, crioscopia, teores de gordura e ESD foram comparadas em cada método realizado, oficial e de ultrassom, nas três coletas que foram realizadas de leite UAT nos meses de agosto, outubro e dezembro. As médias dos resultados podem ser vistas na tabela 2.

Todas as médias obtidas foram significativamente diferentes, de acordo com o teste Wilcoxon ($p < 0,05$), quando comparados os resultados obtidos pelos métodos ultrassom (US) e métodos oficiais (MO) (Tabela 2).

Apesar das médias determinadas pelo resultado de densidade pelos dois métodos apresentarem-se próximas e em conformidade com a legislação (BRASIL, 2011), os resultados encontrados para a análise de densidade pelos dois métodos apresentaram diferença significativa ($p < 0,05$) pelo teste de análise de variância, e com coeficiente de correlação baixo, de 0,26, o que indicou que estes dois métodos não apresentaram comportamento muito semelhante para a análise de densidade do leite UAT.

O resultado obtido nesse experimento está de acordo com o obtido por Ponsano et al. (2007) que em estudo semelhante, encontraram um coeficiente baixo de correlação ($r = 0,225$) para esses dois métodos para a análise de densidade, e em desacordo com o

Tabela 2 – Médias dos resultados das análises de densidade (g/mL), crioscopia (°H), teores de gordura (%) e ESD (%), obtidas pelos métodos oficiais de ultrassom nos meses de agosto, outubro e dezembro.

Meses	Densidade	Densidade	Crioscopia	Crioscopia	Gordura	Gordura	ESD	ESD
	US*	MO**	(°H) US*	(°H) MO**	US*	MO**	US*	MO**
Agosto	1,031g/mL	1,029g/mL	-0,5364	0,5490	3,55%	3,17%	7,9%	8,23%
Outubro	1,031g/mL	1,030g/mL	-0,5152	0,5522	3,58%	3,24%	7,9%	8,28%
Dezembro	1,031g/mL	1,029g/mL	-0,5218	0,5534	3,58%	3,24%	7,9%	8,22%

*US: Ultrassom; **MO: Método Oficial.

obtido por Venturoso et al (2007) que, ao comparar os métodos oficiais de determinação físico-química em produtos lácteos, observaram teores de densidades sempre menores que os obtidos por método de ultrassom, porém o coeficiente de correlação para estes dois métodos na análise de leite integral foi alto nesse experimento ($r = 0,90$), indicando que as duas metodologias foram comparáveis.

No caso da espectroscopia ultra-sônica, a densidade do leite está diretamente relacionada à medida da velocidade ultra-sônica, parâmetro extremamente sensível à organização molecular e às interações intermoleculares da amostra, fornecendo, assim, informações bastante seguras sobre a concentração dos componentes (BUCKIN et al., 2003), o que pode explicar a alta correlação encontrada por Venturoso et al. (2007).

As médias para os resultados de crioscopia pelo método de ultrassom, neste experimento, apresentaram-se maiores que as obtidas pela metodologia oficial, como, por exemplo, no mês de outubro, onde pelo método oficial o valor da crioscopia foi de $-0,552^\circ$ H, enquanto que o do ultrassom foi de $-0,515^\circ$ H. O coeficiente de correlação encontrado na comparação da análise do ponto de congelamento da amostra para estes dois métodos foi muito baixo, $r = 0,028$, indicando que essas duas metodologias não são comparáveis para esta análise.

As médias obtidas para análise do teor de gordura nos dois métodos, nos três meses de coleta, permaneceram dentro do estipulado pela legislação (BRASIL, 1997), apresentando valores entre 3,54 a 3,58% para o método de ultrassom, nos meses de agosto a dezembro; e, 3,1 a 3,24%, nos meses de agosto a dezembro, pelo método oficial. Entretanto, ambos os métodos, apresentaram diferença significativa pela análise de variância ($p > 0,05$). Já o coeficiente de correlação obtido para estes dois métodos foi o mais alto das quatro análises comparadas, apresentando um valor moderado, $r = 0,61$, o que indica uma baixa semelhança de comportamento nos resultados obtidos nos dois métodos, considerando esses dois métodos como levemente comparáveis.

Esse dado difere do obtido por Venturoso et al (2007) e Ponsano et al (2007), que, ao comparar a semelhança entre a análise do teor de gordura no leite realizada pelos métodos oficial e de ultrassom, encontraram alto coeficiente de correlação ($r > 0,90$), indicando semelhança nos resultados entre esse dois métodos.

É importante ter em vista que a determinação da gordura no leite pelo método oficial envolve uma reação de hidrólise ácida para separar proteínas e carboidratos ligados aos glóbulos de gordura (CECCHI, 2003). A técnica analítica do método oficial utiliza ácido sulfúrico e álcool amílico, gerando um resíduo químico que requer descarte apropriado, nem sempre possível de ser realizado nos laboratórios de

controle de qualidade. É também técnica destrutiva e requer equipamento e vidrarias específicos. Outro parâmetro medido na espectroscopia de ultrassom, a atenuação, é determinado pela dispersão de ondas ultra-sônicas em amostras não-homogêneas, tais como emulsões e suspensões, e está diretamente envolvido na análise da concentração da gordura do leite por esse método (BUCKIN et al., 2003).

Miles et al. (1990) pesquisaram a atenuação provocada pela fração gordurosa em leite integral submetido a diferentes pressões durante a operação de homogeneização e em leite desnatado e verificaram que a atenuação do ultrassom depende não somente da concentração de lipídeos, como também do grau de homogeneização, em razão de perdas térmicas resultantes da transferência de calor do meio aquoso para os glóbulos de gordura e vice-versa.

Os valores médios, nos três meses, obtidos para ESD, pelos dois métodos, obtiveram diferença estatisticamente significativa pela análise variância ($p > 0,05$). Todos os valores médios encontrados nos três coletas, pelo método oficial, encontraram-se em conformidade com a legislação (BRASIL, 1997), porém, os resultados das médias, obtidas pela metodologia de ultrassom, encontraram-se abaixo do padrão limite estipulado por legislação, o que classificaria essas amostras como irregulares nessa análise.

O coeficiente de correlação para análises de ESD, para estes dois métodos, foi $-0,50$. Venturoso et al (2007), ao correlacionar os dois métodos para análise de ESD, obteve alto coeficiente de correlação ($r = 0,92$), considerando esse dois métodos altamente comparáveis, estando de acordo com resultados encontrados por Ponsano et al. (2007) que encontrou valores diferentes pra ESD pelos métodos oficiais e de ultrassom, porém, a correlação entre esses dois métodos, para esta análise, foi positiva e significativa.

Convém lembrar que, para a determinação do ESD pelo método oficial, é necessária a determinação prévia do EST que, por sua vez, depende dos valores de densidade e porcentagem de gordura. Portanto, qualquer erro na determinação dessas variáveis pelos métodos oficiais levará, diretamente, a erros nos valores de ESD, o que pode justificar as diferenças estatísticas nas médias dos resultados encontrados para os dois métodos (PONSANO et al, 2007).

Neste experimento, os dados obtidos pelos métodos oficiais e de ultrassom apresentam baixa correlação e diferenças significativas; entretanto, os estudos na literatura, a respeito da comparação entre a espectroscopia de ultrassom e os métodos oficiais na determinação de características físico-químicas do leite, indicaram que este método pode ser útil em fornecer informações sobre a composição e a estrutura dos componentes físico-químicos, importantes para o controle do processamento e da qualidade (MILES et al., 1990; BUCKIN et al., 2003).

Além disso, a análise físico-química do leite por espectroscopia de ultrassom apresenta vantagens sobre os métodos tradicionais por dispensar o preparo das amostras, utilizar volumes mínimos das amostras em estado intacto, dispensar o uso de reagentes químicos e vidrarias específicos e por fornecer o resultado em poucos minutos (PONSANO et al., 2007). Porém, é importante salientar que por ser uma técnica automatizada, a precisão de suas medidas depende diretamente da calibração adequada do equipamento.

4 CONCLUSÃO

A qualidade do leite pesquisado apresentou-se dentro do exigido pela legislação, não apresentando substâncias fraudulentas, nem modificação da composição.

Apesar de ser, rápido e de fácil utilização, o método de ultrassom não mostrou-se adequado para a análise de leite, por apresentar resultados divergentes dos métodos oficiais, sendo necessário mais estudos em relação a padronização e ao funcionamento do método.

Os resultados apresentados nesta pesquisa fornecem subsídios, para a tomada de decisões, por parte de estabelecimentos beneficiadores e órgãos regulamentadores e fiscalizadores de leite e derivados, visando melhor direcionamento na escolha dos métodos de controle de qualidade a serem praticados.

5 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AGNESE, A. P. et al. Avaliação físico-química do leite cru comercializado informalmente no Município de Seropédica – RJ. **Revista Higiene Alimentar**, São Paulo, v. 16, n. 94, p. 58-61, 2002.

ANDRIOLI, A. S. et al. Padrões físico-químicos de identidade do leite “longa vida” (UHT) comercializado na cidade de Juiz de Fora (MG). **Revista do Instituto de Laticínios Cândido Tostes**, Juiz de Fora, v. 56, n. 321, p. 50-54, 2001.

BEHMER, M. L. A. **Tecnologia do Leite**. 13 ed. São Paulo: Nobel, 1999. 320 p.

BERNARDI, C. M. M. et al. Teste comparativo da qualidade do leite integral comercializado no município de Andradina. **Ciências Agrárias e da Saúde**, Andradina, v. 6, p. 45-48, 2006.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Portaria nº 146, de 07 de março de 1996, alterado pela Portaria nº 370, de 04 de setembro de 1997. Aprova a Inclusão do Citrato de Sódio no Regulamento Técnico para Fixação de Identidade e

Qualidade do Leite U.H.T (U.A.T). **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, Brasília, 04 set. 1997.

_____. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Departamento de Inspeção de Produtos de Origem Animal. Instrução Normativa nº 51, de 18 de setembro de 2002. Aprova os Regulamentos Técnicos de Produção, Identidade e Qualidade do Leite tipo A, do Leite tipo B, do Leite tipo C, do Leite Pasteurizado e do Leite Cru Refrigerado e o Regulamento Técnico da Coleta de Leite Cru Refrigerado e seu Transporte a Granel, em conformidade com os Anexos a esta Instrução Normativa. **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, Brasília, 20 set. 2002. Seção 1, p. 13.

_____. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº 68, de 12 de dezembro de 2006. Oficializa os métodos analíticos oficiais físico-químicos, para controle de leite e produtos lácteos. **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, Brasília, 14 dez. 2006. Seção 1, p. 8.

_____. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Regulamento de Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal – RIISPOA. Aprovado pelo Decreto nº 30.691 de 29/03/1952, alterado pelos Decretos nº 1.255 de 25/06/1962, nº 1.236 de 02/09/1994, nº 1.812 de 08/02/1996, nº 2.244 de 04/06/1997 e nº 6385 de 27/02/2008. **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, Brasília, 27 fev. 2008.

_____. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº 62, de 29 de dezembro de 2011. Aprova o Regulamento Técnico de Produção, Identidade e Qualidade do Leite tipo A, o Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade de Leite Cru Refrigerado, o Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade de Leite Pasteurizado e o Regulamento Técnico da Coleta de Leite Cru Refrigerado e seu Transporte a Granel, em conformidade com os Anexos desta Instrução Normativa. **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, Brasília, 31 dez. 2011. Seção 1, p. 6.

BUCKIN, V.; O’DRISCOLL, B.; SMYTH, C. Ultrasonic spectroscopy for material analysis: recent advances. **Spectroscopy Europe**, Chichester, v. 15, n. 1, p. 20-25, 2003.

CECCHI, H. M. **Fundamentos Teóricos e Práticos em Análise de Alimentos**. 2 ed. Campinas: UNICAMP. 2003, 207 p.

CORTEZ, M. A. S.; CORTEZ, N. M. S. **Qualidade**

do leite: boas práticas agropecuárias e ordem higiênica. Niterói: EDUFF, 2008. 77 p.

DIAS, V. G. et al. Características físico-químicas e análise sensorial do leite pasteurizado adicionado de água, soro de queijo, soro fisiológico e soro glicosado. **Revista do Instituto de Laticínios Cândido Tostes**, Juiz de Fora, v. 65, n. 376, p. 16-25, 2010.

FONSECA, L. F. L.; SANTOS, M. V. **Qualidade do leite e controle de mastite.** 2 ed. São Paulo: Lemos, 2001. 175p.

GUAN, R. et al. Use of fluometry for determination of skim milk powder adulteration in fresh milk. **Journal of Zhejiang University**, Zhejiang, v. 6, n. 11, p. 1101-1106, 2005.

JOÃO, J. H. Diagnóstico da Qualidade do Leite UAT comercializado em Lages – SC. **Revista Indústria de Laticínios**, São Paulo, n. 107, p. 50-54, 2008.

LACTOSCAN. **Ultrasonic Milk Analysers.** Disponível em: <<http://www.lactoscan.com/faq.html>>. Acesso em: 1 jul. 2012.

MABROOK, M. F.; DARBYSHIRE, A. M.; PETTY, M. C. Quality control of dairy products using single frequency admittance measurements. **Measurement Science and Technology**, Bristol, v. 17, n. 2, p. 275-280, 2006.

MARTINS, A. M. C. V. et al. Efeito do processamento UAT (Ultra Alta Temperatura) sobre as características físico-químicas do leite. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 28, n. 2, p. 295-298, 2008.

MARTINS, F. O. et al. **Avaliação da Composição na Qualidade Físico-Química e Ocorrência de Adulterações em Leite UHT.** 2006. Disponível em: <<http://www.terraviva.com.br/IICBQL/p043.pdf>>. Acesso em: 19 jan. 2010.

MILES, C. A.; SHORE, D.; LANGLEY, K. R. Attenuation of ultrasound in milks and creams. **Ultrasonics**, Oxford, v. 28, n. 3, p. 394-400, 1990.

OLIVEIRA, A. J.; CARUSO, J. G. B. **Leite: obtenção e qualidade do produto fluido e derivados.** Pira-

cicaba: FEALQ, 1996. v. 2, 80p.

PONSANO, E. H. G. et al. Correlação entre métodos tradicionais e espectroscopia de ultrassom na determinação de características físico-químicas do leite. **Arquivo Brasileiro de Medicina Veterinária e Zootecnia**, Belo Horizonte, v. 59, n. 4, p. 1052-1057, 2007.

REZER, A. P. S. **Avaliação da qualidade microbiológica e físico-química do leite UHT integral comercializado no Rio Grande do Sul.** 2010. 120p. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) – Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, 2010.

RHEINHEIMER, V.; DÜRR, J. W.; HEPP, M.A.W. **Qualidade de leite fluido de diferentes marcas comercializadas em passo fundo-RS.** 2005. Disponível em: <www.terraviva.com.br/IICBQL/p007.pdf>. Acesso em: 19 jan. 2011.

SOUZA, L. G. SANTOS, G. T.; SAKAGUTI, E. S. Avaliação da composição do leite UHT proveniente de dois laticínios das regiões Norte e Noroeste do Estado do Paraná. **Acta Scientiarum. Animal Sciences**, Maringá, v. 26, n. 2, p. 259-264, 2004.

TRONCO, V. M. **Manual para inspeção da qualidade do leite.** 3 ed. Santa Maria: UFSM, 2008. 203p.

VENTUROSO, R. C. et al. Determinação da composição físico-química de produtos lácteos: estudo exploratório de comparação dos resultados obtidos por metodologia oficial e por ultrassom. **Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas**, São Paulo, v. 43, n. 4, p. 607-613, 2007.

VIEGAS, R. P. Avaliação da qualidade físico-química do leite UAT desnatado comercializado em Belo Horizonte – MG. **Revista do Instituto de Laticínios Cândido Tostes**, Juiz de Fora, v. 61 n. 351, p. 85-88, 2006.

VIOTTO, W. H.; CUNHA, C. R. Teor de sólidos do leite e rendimento industrial. In: ALBENONES, J. M.; DÜRR, J. W.; COELHO, K. O. (Ed.) **Perspectivas e avanços da qualidade do leite no Brasil.** 1 ed. Goiânia: Talento, 2006. p. 241-258.