



DANIELLA RABELO BARBOSA

**RELATÓRIO DE ESTÁGIO SUPERVISIONADO REALIZADO
NA INDÚSTRIA DE LATICÍNIOS COCATREL EM TRÊS
PONTAS - MG**

LAVRAS – MG

2019

DANIELLA RABELO BARBOSA

**RELATÓRIO DE ESTÁGIO SUPERVISIONADO REALIZADO NA INDÚSTRIA DE
LATICÍNIOS COCATREL EM TRÊS PONTAS - MG**

Trabalho de conclusão de curso apresentado à
Universidade Federal de Lavras, como parte
das exigências do Curso de Zootecnia, para a
obtenção do título de Bacharel.

Prof. Dr. Marcio Gilberto Zangeronimo

Orientador

LAVRAS – MG

2019

DANIELLA RABELO BARBOSA

**RELATÓRIO DE ESTÁGIO SUPERVISIONADO REALIZADO NA INDÚSTRIA DE
LATICÍNIOS COCATREL EM TRÊS PONTAS – MG**

**REPORT OF SUPERVISED INTERNSHIP IN THE DAIRY INDUSTRY COCATREL
IN TRÊS PONTAS - MG**

Trabalho de conclusão de curso apresentado à
Universidade Federal de Lavras, como parte
das exigências do Curso de Zootecnia, para a
obtenção do título de Bacharel.

APROVADA em 27 de Junho de 2019.

MSc. Roberta Freitas Lacerda	UFLA
MSc. Sérgio Augusto de Sousa Campos	UFLA

Prof. Dr. Marcio Gilberto Zangeronimo

Orientador

LAVRAS – MG

2019

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus por iluminar sempre meu caminho e me dar força e confiança para seguir em busca dos meus sonhos.

À Nossa Senhora Aparecida por ser meu refúgio e esperança.

Aos meus pais, Daniel e Lucia Helena, e ao meu irmão Luciano, pelo amor incondicional e por estarem ao meu lado em todos os momentos, sempre apoiando e acreditando em minha capacidade.

Ao meu namorado Gustavo pelo companheirismo, apoio, amor e por ser meu porto seguro nos momentos mais difíceis.

Às minhas avós, Balbina e Odeth, pelo amor, ensinamentos e palavras de apoio e, aos meus avós, Enio e Sebastião, em memória.

Aos meus padrinhos, tios e primos por toda ajuda, torcida e incentivo.

À Universidade Federal de Lavras por ser minha segunda casa em todos esses anos, em especial ao Departamento de Zootecnia.

Aos meus amigos e colegas de curso, especialmente à Jelieny e Ana Paula, pela amizade, companheirismo e apoio.

Ao meu orientador Marcio Gilberto Zangeronimo por todos os ensinamentos, conselhos e pela disposição em sempre ajudar. Muito obrigada por tudo, você é um grande exemplo para mim!

A todos os professores pelo comprometimento e paixão pelo ensino, em especial ao professor Raimundo Vicente de Sousa (em memória) pelo privilégio de ter sido sua orientada.

A todos os funcionários do Laticínio Cocatrel, em especial à Lyvia, Maria Eloisa, Poliana, José Márcio e Gerson, por compartilharem seus conhecimentos, pelo auxílio, amizade e principalmente por tornarem os meus dias de estágio mais alegres e leves. Serei eternamente grata!

Por fim, agradeço aos membros da banca Roberta Freitas Lacerda e Sérgio Augusto de Sousa Campos que gentilmente aceitaram meu convite e tanto contribuíram para este trabalho.

Meus sinceros agradecimentos a todos!

RESUMO

O estágio foi desenvolvido na Indústria de Laticínios da Cooperativa dos Cafeicultores da Zona de Três Pontas Ltda – COCATREL, localizada na cidade de Três Pontas, Minas Gerais, no período de 14/01/2019 a 08/03/2019 no setor de Controle de Qualidade. Para monitoramento da qualidade da matéria-prima recebida, foram realizadas análises para avaliação dos parâmetros físico-químicos do leite cru, como estabilidade ao alizarol, acidez titulável, crioscopia; de composição como gordura, proteínas, extrato seco desengordurado; e de padrões higiênico-sanitários como a detecção de resíduos de antibióticos. Também foram executadas análises para detecção de fraudes, como determinação de presença de reconstituintes de densidade, neutralizantes de acidez, conservantes, impurezas e de estabilidade, de acordo com o escalonamento semanal estabelecido pelo laboratório do laticínio. Quando era constatada alguma inconformidade nas amostras de leite coletadas, realizava-se o rastreio nas amostras individuais de cada produtor. Identificado o produtor responsável pelo leite, este era notificado e o médico veterinário averiguava a causa e o instrua em sua correção. Durante a fabricação do leite pasteurizado integral e dos queijos, análises físico-químicas também eram realizadas a fim de se verificar a adequação desses produtos à legislação vigente. Após a produção, análises microbiológicas eram executadas com a finalidade de avaliar a qualidade e a segurança dos produtos antes da sua liberação para o consumo. A qualidade do leite é de suma importância para a indústria de beneficiamento, pois esta afetará a qualidade e o tempo de prateleira dos produtos lácteos que serão destinados ao consumidor.

Palavras-chave: Leite. Qualidade. Análises.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 - Leite estável ao teste do alizarol	18
Figura 2 - Acidímetro Dornic Gerber	19
Figura 3 - Crioscópio	20
Figura 4 - Ekomilk.....	21
Figura 5 - Resultados da análise da presença de cloretos	22
Figura 6 - Resultados da análise para presença de amido. Coloração azulada indica resultado positivo. Coloração inalterada ou levemente amarelada indica resultado negativo.	23
Figura 7 - Resultado positivo para presença de sangue.....	26
Figura 8 - Teste de Fervura	26
Figura 9 - Incubação da tira de teste.....	28
Figura 10 - Cartão de cores para interpretação dos resultados	28

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Produtos Cocatrel	13
Tabela 2 - Atividades realizadas no período de 14/01/2019 a 08/03/2019 e a carga horária em cada atividade	14
Tabela 3 - Destinação pelo Laticínio Cocatrel do leite não conforme	15
Tabela 4 - Teor de gordura do leite para fabricação dos produtos	16
Tabela 5 - Requisitos mínimos do leite pasteurizado integral.....	16

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	10
2. DESCRIÇÃO DO LOCAL DO ESTÁGIO.....	11
3. DESCRIÇÃO DAS ATIVIDADES DESENVOLVIDAS.....	13
3.1. Principais atividades realizadas	14
3.1.1. Recebimento do leite e análises físico-químicas	14
3.1.2. Análise da matéria-prima para fabricação do leite pasteurizado integral e derivados lácteos	16
3.2. Descrição das metodologias utilizadas	17
3.2.1. Análises físico-químicas do leite	17
3.2.1.1 Análise da estabilidade térmica do leite pelo teste do alizarol.....	17
3.2.1.2 Determinação da acidez titulável	18
3.2.1.3 Determinação do ponto de congelamento ou crioscopia	19
3.2.1.4 Análise físico-química de leite utilizando Ekomilk.....	20
3.2.1.5 Pesquisa de reconstituintes de densidade e crioscopia	21
3.2.1.5.1 Determinação de presença de cloretos	21
3.2.1.5.2 Determinação de presença de amido.....	22
3.2.1.5.3 Determinação de presença de álcool	23
3.2.1.5.4 Determinação de presença de ureia (urina)	24
3.2.1.6 Pesquisa de conservantes	24
3.2.1.6.1 Determinação de presença de cloro e hipoclorito de sódio	24
3.2.1.6.2 Determinação de presença de formol (formaldeído)	25
3.2.1.7 Pesquisa de impurezas – determinação da presença de sangue	25
3.2.1.8 Determinação da estabilidade térmica do leite – fervura	26
3.2.1.9 Pesquisa de resíduos de antibióticos	27
3.2.1.9.1 Kit BetaStar S Combo	27
3.2.1.9.2 CMT (<i>Copan Milk Test</i>).....	28
3.2.1.10 Avaliação do leite por enzimas – determinação da fosfatase alcalina.....	29
3.2.2. Análises microbiológicas do leite.....	29
3.2.2.1 Redutase	29
3.2.2.2 Contagem padrão de microrganismos mesófilos aeróbios estritos e facultativos viáveis em produtos de laticínio no meio de cultura PCA (<i>Plate Count Agar</i>).....	30

3.2.2.3 Contagem de coliformes totais e coliformes termotolerantes em laticínio no meio de cultura VRB (<i>Violet Red Bile Agar</i>)	30
4. REFERENCIAL TEÓRICO	31
4.1. Leite.....	31
4.2. Alizarol.....	32
4.3. Antibiótico	33
4.4. Crioscopia.....	34
4.5. Contagem bacteriana total.....	35
4.6. Contagem de células somáticas.....	36
5. CONSIDERAÇÕES FINAIS	37
REFERÊNCIAS	38

1. INTRODUÇÃO

O leite é um alimento nobre e essencial ao desenvolvimento humano. Além do seu valor nutricional, o leite possui valor cultural e econômico, gerando emprego e renda para milhões de pessoas no país, caracterizando-se como um dos mais importantes produtos da agropecuária brasileira.

A atividade leiteira no Brasil evoluiu muito nas últimas décadas, colocando o país dentre os principais produtores de leite no mundo. O Brasil é o quinto maior produtor mundial de leite, sendo responsável por 7% do leite produzido no mundo. Minas Gerais é o Estado que mais produz, cerca de 30% da produção brasileira, sendo as mesorregiões Triângulo Mineiro/Alto Paranaíba e Sul/Sudoeste as principais produtoras (CONAB, 2018; PEROBELLI; ARAÚJO JUNIOR; CASTRO, 2018).

Com consumidores cada vez mais exigentes e indústrias de beneficiamento do leite que promovem programas de remuneração por qualidade, além das instruções normativas IN 76 e IN 77 que aumentam a rigorosidade quanto à qualidade do leite desde a produção até sua expedição pelos laticínios, os produtores precisam encarar o desafio de produzir um leite com qualidade para se manterem no mercado.

A qualidade do leite é avaliada através de parâmetros físico-químicos, composicionais e higiênico-sanitários. Nesse caso, o monitoramento da qualidade pelos laticínios é imprescindível para a obtenção e fornecimento de produtos nutritivos, seguros e com bom tempo de conservação aos consumidores. A preocupação com a qualidade do leite deve-se iniciar antes mesmo da ordenha, exercendo os cuidados necessários para a manutenção da sanidade do rebanho, fornecimento de dietas balanceadas, manejo dos animais, instalações adequadas, qualidade da água de limpeza, higiene das mãos do ordenhador, do local e dos equipamentos de ordenha. A presença de microrganismos, resíduos de medicamentos veterinários e odores desagradáveis influenciam negativamente na qualidade higiênica do leite. A mastite é uma das principais causas de quedas na qualidade e das perdas quantitativas na produção leiteira. Além disso, a higiene e a temperatura dos locais de conservação e de transporte do leite são fatores importantes para a preservação da qualidade, sendo ideal que o leite seja refrigerado e mantido a 4°C ou menos, pois a temperatura fora do recomendado favorece o crescimento de microrganismos. O leite é um meio de cultura ideal e, quando o número de microrganismos presentes no mesmo é elevado, são ocasionadas alterações nas suas propriedades nutritivas e organolépticas, tornando-o impróprio para o consumo.

Dessa forma, a qualidade da matéria-prima é um fator determinante na qualidade dos derivados lácteos produzidos. Sendo assim, a orientação dos produtores por profissionais como os zootecnistas é fundamental para a produção efetiva de um leite de qualidade, possibilitando, assim, a fabricação de produtos com alto padrão. O presente trabalho tem por objetivo descrever as atividades desenvolvidas na área de controle de qualidade do leite durante o estágio supervisionado em uma indústria de laticínios comercial.

2. DESCRIÇÃO DO LOCAL DO ESTÁGIO

O estágio foi realizado na indústria de laticínios da Cooperativa dos Cafeicultores da Zona de Três Pontas, o Laticínio Cocatrel, localizado na Avenida Barão da Boa Esperança, 1676, Azarias B. Campos – Três Pontas/MG, sob a supervisão da profissional Marina Corrêa Brito, bacharel em Química Industrial e mestre em Leite e Derivados. Atualmente, o laticínio recebe de seus produtores cooperados cerca de 20 mil litros de leite diariamente, com os quais são fabricados iogurtes, leite pasteurizado, manteiga e queijos mussarela, parmesão, prato, frescal e minas padrão, todos comercializados com a marca Cocatrel.

O Laticínio Cocatrel possui uma plataforma de recepção de leite e pasteurização, contendo 3 tanques isotérmicos horizontais de inox com capacidade de 15.000 litros cada, um pasteurizador a placas de aço inox com painel de controle e automatização e uma padronizadora de gordura; um laboratório; uma área de produção separada por barreira sanitária constituída por: sala de produção de manteiga, sala de produção de queijos, sala de produção de fermentados, câmaras frias, salas de embalagens primária e secundária, sala de envase do leite pasteurizado integral e sala de expedição; vestiários e sanitários feminino e masculino; um refeitório; sala para a gerência; sala para o SIF; almoxarifados; e uma estação de tratamento de resíduos.

O laboratório do setor de Controle de Qualidade é dividido internamente em físico-químico e microbiológico. Nele são realizadas diversas análises para avaliar a qualidade da matéria-prima recebida e dos seus derivados lácteos, além de outras análises como a aferição do pH da água da estação de tratamento, aferição e correção do CIP (*clean in place*) alcalino e a determinação do cloro da água utilizada no laticínio. O setor físico-químico contém em sua estrutura uma pia de inox com cuba dupla (contendo duas torneiras inox e uma elétrica) e uma capela de exaustão. Possui ainda equipamentos como crioscópio LK-7000, bloco aquecedor para antibiótico, Ekomilk, centrífuga, autoclave vertical, destilador de água, computador, PHmetro digital e agitador magnético, além das vidrarias laboratoriais necessárias. Já o setor

microbiológico possui uma pia de inox com cuba dupla (igualmente ao físico-químico), uma capela de manipulação de ensaios microbiológicos e equipamentos como estufa de incubação, estufa de cultura bacteriológica, estufa de secagem e esterilização, balança, termômetros digitais, mixer, liquidificador, contador de colônias, geladeira, banho-maria, bloco aquecedor para antibiótico e analisador de umidade por infravermelho.

A Cocatrel realiza um trabalho junto aos produtores cooperados os quais, através de assistência técnica especializada, recebem as orientações necessárias para a obtenção de melhorias contínuas na qualidade do leite. Além da adoção da política de pagamento por volume e qualidade, o Laticínio exerce papel fundamental no incentivo de mudanças em busca da qualidade e da produtividade pelos produtores. Uma delas, a introdução do sistema de coleta a granel do leite juntamente com o programa de controle da qualidade, garante uma matéria-prima de excelência para fabricação dos produtos Cocatrel, os quais possuem mercado garantido devido seu alto padrão.

A Cooperativa dos Cafeicultores da Zona de Três Pontas opera desde 18 de julho de 1961 e vem se consolidando entre as maiores cooperativas do setor no país. Apresentando sede administrativa, loja matriz e armazéns na cidade de Três Pontas, Minas Gerais, a Cocatrel também contém filiais nas cidades de Santana da Vargem, Coqueiral, Nepomuceno, Carmo da Cachoeira, Ilicínea, Córrego do Ouro, Varginha e Santo Antônio do Amparo. A cooperativa reúne mais 5 mil produtores rurais em cerca de 90 municípios e conta com estrutura de ponta para receber, armazenar, preparar e comercializar cafés especiais ou *commodities*, além de um silo para recebimentos de grãos (como milho, soja, sorgo e trigo) e a indústria de laticínios, apoiando a diversificação das atividades de seus cooperados (COCATREL, 2019).

Os princípios do cooperativismo são base para o desenvolvimento de projetos de responsabilidade social e ambiental pela empresa. Na área ambiental, realiza o tratamento de efluentes da indústria de laticínios, mantém uma área de reflorestamento com manejo sustentável para seu consumo de lenha e deu apoio à criação da Central de Recolhimento de Embalagens Vazias de Agrotóxicos. Em relação aos benefícios sociais, apoia eventos culturais, sociais e esportivos nas comunidades de atuação, oferece convênio de saúde aos seus cooperados e familiares, além da participação na criação de salas de informática em escolas rurais. Desta forma, a Cocatrel se estabelece como uma organização que possui solidez e credibilidade no mercado, gerando emprego, renda e desenvolvimento para o Sul de Minas (COCATREL, 2019).

Os principais produtos comercializados pela Cocatrel estão na Tabela 1.

Tabela 1 - Produtos Cocatrel

Produto	Variedade
Iogurtes	Lactrel Natural e Iogurte Natural sabor morango
Leite Cocatrel	Leite Pasteurizado Integral
Bebidas lácteas fermentadas	Lactrel Morango e Lactrel Mel
Queijos Cocatrel	Queijo prato (lanche); Queijo Minas Padrão; Queijo Minas Frescal; Queijo Parmesão; Queijo Parmesão Fatia; Queijo Mussarela; Queijo Mussarela Nozinho; Queijo Mussarela Palito.
Manteiga Cocatrel	Manteiga de primeira qualidade com sal e Manteiga comum com sal.
Cafés Cocatrel	Café Montrês Bordô; Café Montrês Marsala; Café Montrês Carmim; Café Reserva; Café Suave Gourmet; Café Mokinha Intenso; Cápsulas para café expresso.

Fonte: Adaptado de Cocatrel (2019).

3. DESCRIÇÃO DAS ATIVIDADES DESENVOLVIDAS

As atividades desenvolvidas durante o estágio foram recebimento do leite cru refrigerado, análises físico-químicas e microbiológicas para avaliação da qualidade da matéria-prima e dos produtos lácteos fabricados. A Tabela 2 descreve as atividades efetuadas no período de 14/01/2019 a 08/03/2019 e a carga horária de cada atividade.

Tabela 2 - Atividades realizadas no período de 14/01/2019 a 08/03/2019 e a carga horária em cada atividade

Atividades	Carga Horária
Recebimento do leite	110
Análises físico-químicas	110
Análises microbiológicas	20
Total	240

Fonte: Autor (2019).

3.1. Principais atividades realizadas

3.1.1. Recebimento do leite e análises físico-químicas

Diariamente, quando chegavam ao laticínio os caminhões de coleta a granel contendo o leite cru refrigerado, o funcionário responsável pela plataforma de recebimento do leite retirava uma amostra representativa de cada compartimento do tanque isotérmico do caminhão, ou seja, frente, meio e traseiro. A temperatura do leite era checada durante a coleta das amostras e não deveria estar superior a 7°C. As amostras eram enviadas ao laboratório de controle de qualidade para a realização de análises físico-químicas, de composição e higiênico-sanitárias do leite cru.

As primeiras análises realizadas eram a do alizarol, para avaliação da acidez e estabilidade térmica do leite; a análise de pesquisa de resíduos de antibióticos; a de crioscopia; composição; densidade e a de acidez titulável. As demais análises, como pesquisa de reconstituintes de densidade, presença de conservantes, de neutralizantes e de impurezas eram realizadas conforme o escalonamento semanal proposto pelo laboratório.

Estando em conformidade, o leite era liberado para ser descarregado. Caso fosse encontrada alguma inconformidade na amostra de algum dos compartimentos, era feito o rastreio nas amostras individuais dos produtores para identificar qual produtor era responsável pelo leite. Encontrado o produtor, mais análises eram executadas a fim de se encontrar o motivo da irregularidade e o médico veterinário responsável era comunicado para averiguar junto ao produtor as possíveis causas. O leite do caminhão ou do compartimento do tanque que apresentou não conformidade, não era recebido, e tinha a destinação estabelecida pelo laticínio (Tabela 3).

Cada leiteiro, motorista responsável pela captação de leite nas propriedades e pelo transporte até o laticínio, entregava as amostras de leite individuais dos produtores cooperados pertencentes a sua rota em uma caixa isotérmica e um talão contendo o nome do produtor, a

quantidade coletada, o número da sua respectiva amostra, o resultado do teste do alizarol realizado na propriedade, a temperatura do leite e em qual compartimento do tanque o mesmo estava contido. Tais informações auxiliavam na realização do rastreio e na identificação do produtor. Nas amostras de cada produtor eram realizadas as análises de composição, como gordura, proteínas, extrato seco desengordurado e de densidade.

Os resultados de todas as análises eram anotados nas suas devidas planilhas para obtenção de maior controle da qualidade e também para adequação à legislação vigente.

Tabela 3 - Destinação pelo Laticínio Cocatrel do leite não conforme

Não conformidade	Destinação
Leite ácido; com baixa estabilidade térmica; com suspeita de pus ou sangue; com adição de cloro ou água oxigenada; com adição de soda (hidróxido); com adição de neutralizantes de acidez; com adição de cloretos, álcool, amido ou sacarose; com adição de água.	Descaracterizado com corante urucum e destinado à alimentação animal
Leite com resíduos de antibióticos ou com formol	Destinado à empresa de tratamento de resíduos SR TRATAMENTOS – LAVRAS
Leite com teor de gordura menor que 3,0%	Na primeira ocorrência, o leite será recebido e destinado à fabricação de queijo parmesão ou outro queijo que necessite menor teor de gordura no leite de fabricação.
Leite com extrato seco desengordurado menor que 8,4%	Recebido para fabricação de queijos exclusivamente

Fonte: Adaptado Laticínio Cocatrel (2019).

3.1.2. Análise da matéria-prima para fabricação do leite pasteurizado integral e derivados lácteos

Antes de se iniciar a produção, eram realizadas análises no leite cru refrigerado dos balões de estocagem, como teste do alizarol, acidez titulável, crioscopia, gordura, proteína, extrato seco desengordurado e densidade para avaliar a qualidade da matéria-prima a ser utilizada.

Cada queijo tem seu devido teor de gordura (Tabela 4). Dessa forma, através da análise da gordura do leite durante o processo de produção, era feito o monitoramento desse teor, garantindo sua adequação para a fabricação desses derivados.

Tabela 4 - Teor de gordura do leite para fabricação dos produtos

Produto	Teor de gordura (%)
Queijo prato	3,40
Queijo mussarela	3,30
Queijo minas frescal	2,90
Queijo minas padrão	3,30
Queijo parmesão	2,50

Fonte: Adaptado Laticínio Cocatrel (2019).

Durante a produção do leite pasteurizado integral, antes do seu envase, eram realizadas análises de crioscopia, gordura e proteína, com o objetivo de verificar se o produto se encontrava com os valores dentro dos limites estabelecidos pela legislação (Tabela 5). Análises por enzimas, como a fosfatase alcalina e a peroxidase, também eram executadas para avaliar o processo de pasteurização sofrido pelo leite.

Tabela 5 - Requisitos mínimos do leite pasteurizado integral

Item de composição	Requisito
Gordura	mínimo 3,0%
Proteína	mínimo 2,9%
Etrato seco desengordurado	mínimo 8,4%
Crioscopia	-0,530 a -0,555°H

Fonte: IN76/2018.

Apresentando conformidade após as análises, o leite pasteurizado integral era liberado para o envase. Pacotes referentes ao início, meio e fim do processo eram retirados, além de um pacote que seria destinado como contraprova. Nesses pacotes eram realizadas análises microbiológicas e físico-químicas, como crioscopia e de composição. A contraprova era mantida refrigerada na geladeira do laboratório, sendo retirada 2 dias após a data de vencimento presente em sua embalagem para a realização do teste de fervura, o qual consiste em ferver a amostra de leite para avaliação do seu aroma e da ocorrência ou não de precipitação de suas proteínas. Também eram realizadas análises microbiológicas no leite do cano que seria destinado a toda fabricação, no leite dos tachos de produção de queijos e no soro, visando maior controle da qualidade microbiológica dos produtos.

3.2. Descrição das metodologias utilizadas

As análises realizadas seguiam as metodologias descritas nas apostilas de Instrução de Trabalho do Controle de Qualidade do Laticínio Cocatrel para análises físico-químicas e para análises microbiológicas. A IN 77/2018 estabelece que, para a execução das análises de leite pelos estabelecimentos, devem ser usados métodos publicados pelo MAPA (Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento), aceitando-se outros métodos de controle operacional, desde que validados por protocolos oficiais, sendo conhecidos e aplicados seus desvios, incertezas metrológicas, correlações e correções em comparação aos referentes métodos oficiais.

3.2.1. Análises físico-químicas do leite

Ensaio analítico são realizados com o objetivo de se verificar a qualidade do leite e de seus derivados. As análises físico-químicas obrigatórias para o descarregamento do leite cru, de acordo com a Instrução Normativa N° 77/2018, serão apresentadas nas próximas seções.

3.2.1.1 Análise da estabilidade térmica do leite pelo teste do alizarol

O procedimento consiste em transferir partes iguais de leite e alizarol 76 °G (a legislação vigente exige que a graduação mínima seja de 72 °G) utilizando um dosador para um Becker e misturar. Os resultados são obtidos através da observação da coloração formada e presença ou não de precipitados:

- a) Leite normal: coloração róseo salmão ou vermelho-tijolo sem coagulação (Figura 1).
- b) Leite ácido: coloração amarelada com coagulação.
- c) Leite instável, suspeito de desequilíbrio salino: coloração róseo salmão com coagulação.
- d) Leite alcalino, suspeito de fraude com alcalinos ou água: coloração violeta sem precipitados.

Figura 1 - Leite estável ao teste do alizarol



Fonte: Autor (2019).

3.2.1.2 Determinação da acidez titulável

A determinação da acidez titulável é realizada com o objetivo de quantificar o ácido láctico presente no leite. A técnica tem como princípio a utilização de uma substância alcalina de concentração conhecida, hidróxido de sódio 0,111 (1/9 mol/L), para neutralizar o ácido do leite. A fenolftaleína, substância indicadora de pH, é utilizada para mostrar a quantidade da substância alcalina que foi necessária para neutralizar o ácido do leite. O indicador, incolor em substância ácida, adquire coloração rosa em meio alcalino. O resultado pode ser expresso em graus Dornic (°D) ou porcentagem de compostos com caráter ácido, como ácido láctico. Cada 0,1 mL de solução Dornic (0,111 mol/L) gasto na titulação corresponde a 1 °D ou a 0,01 g de ácido láctico/100 mL de leite (AGUILAR; SARAN NETTO; VIDAL, 2018).

O procedimento consiste em pipetar 10 mL de leite para um Becker e adicionar 4 a 5 gotas de fenolftaleína. Titular com solução Dornic agitando constantemente até o aparecimento da coloração rosa claro. Verificar a quantidade de solução Dornic que foi gasta e registrar o resultado em graus Dornic (°D).

A legislação estipula valores de 14 a 18 °D para acidez titulável ou 0,14 a 0,18 g ácido láctico/100 mL (BRASIL, 2018).

A Figura 2 ilustra um Acidímetro Dornic Gerber utilizado para a execução da análise.

Figura 2- Acidímetro Dornic Gerber



Fonte: Autor (2019).

3.2.1.3 Determinação do ponto de congelamento ou crioscopia

Para proceder a técnica é necessário pipetar 2,5 mL da amostra de leite em um tubo para crioscópio limpo, inserir o tubo contendo a amostra no orifício de resfriamento do crioscópio (Figura 3) e abaixar a alça do equipamento até que encaixe. Aguardar o aparelho realizar automaticamente a análise e, após o sinal sonoro, fazer a leitura no display quando a luz alaranjada estiver acesa. Levantar a alça, retirar o tubo e limpar o sensor com o papel. A leitura é feita em °H (graus Hortvet) e a crioscopia do leite tem seu padrão estabelecido pela IN 76/2018 como -0,530 °H a -0,555 °H (equivalentes a -0,512 °C e a -0,536 °C).

O leite que apresentar crioscopia fora das faixas aceitáveis pela legislação será condenado, não ocorrendo seu recebimento pelo Laticínio. O produtor responsável é informado e o seu leite será monitorado até que retornem os padrões de qualidade. O médico veterinário realizará uma visita técnica ao produtor a fim de investigar as possíveis causas para alteração na crioscopia. Apesar da ocorrência de adição de água no leite, prática exercida pelos produtores com o intuito de fraudar o mesmo, ser a principal causa para alterações no índice crioscópico, fatores como raça, estágio de lactação, dieta, manejo de bebedouro, composição do leite, clima e estação do ano também podem causar variações nesse índice (ARCARI; SANTOS, 2012). Desse modo, para que problemas com condenações por crioscopia de leites que não foram fraudados sejam evitados, esses fatores também devem ser considerados. Assim, além da coleta de amostras diretamente na propriedade para a realização

de novas análises de crioscopia, o técnico deve também coletar informações sobre o rebanho, manejo e dieta dos animais.

Figura 3 - Crioscópio



Fonte: Autor (2019).

3.2.1.4 Análise físico-química de leite utilizando Ekomilk

O Ekomilk (Figura 4) é um aparelho analisador de leite por ultrassom aprovado pelo Ministério da Agricultura e realiza as análises de gordura, extrato seco desengordurado, densidade, proteínas, água adicionada e ponto de congelamento com maior rapidez que os métodos tradicionais. Na Indústria de Laticínios da Cocatrel, as análises realizadas na Ekomilk são as de gordura, proteína, densidade e extrato seco desengordurado, sendo a de ponto de congelamento realizada no crioscópio devidamente aferido e calibrado, para maior controle da qualidade da matéria-prima.

Para realização das análises, primeiramente deve-se selecionar a opção desejada, leite cru ou pasteurizado, colocar a mangueira da Ekomilk no interior do recipiente contendo a amostra de leite e apertar o botão OK. O leite é puxado pela mangueira para o interior do aparelho para a realização das análises e, ao seu término, o leite é retornado para o recipiente de origem. Os resultados são exibidos no display do Ekomilk e podem ser impressos.

A IN76/ 2018 estabelece os seguintes valores:

- a) Matéria gorda, g /100 g: teor original, com o mínimo de 3,0.
- b) Densidade relativa a 15/15 °C g/mL: 1,028 a 1,034.
- c) Extrato seco desengordurado, g/100 g: mínimo 8,4.
- d) Proteínas, g /100g: mínimo 2,9.

Figura 4 - Ekomilk



Fonte: Autor (2019).

3.2.1.5 Pesquisa de reconstituintes de densidade e crioscopia

Para aumentar o volume do leite a ser entregue ao laticínio, a fraude mais frequente é a adição de água. Porém, anormalidades ou incoerências entre o ponto de congelamento e a densidade do leite são indícios desse tipo de adulteração, sendo facilmente detectáveis pelas análises de rotina. Assim, para encobrir a aguagem do leite, substâncias reconstituintes são adicionadas. Desse modo, diferentes análises são utilizadas para a determinação da presença dessas substâncias no leite.

3.2.1.5.1 Determinação de presença de cloretos

A análise possui como objetivo a determinação de fraudes no leite por adição de cloretos, tendo como princípio a reação do nitrato de prata com os cloretos em presença de cromato de potássio como indicador na reação. O procedimento se resume em adicionar, em um tubo de ensaio, 5 mL de leite, 5 mL de cromato de potássio e 5 mL de nitrato de prata. Homogeneizar a mistura e fazer a leitura dos resultados (Figura 5):

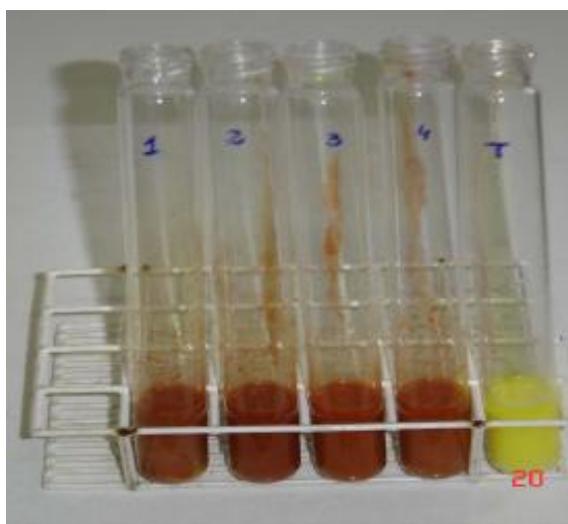
a) Padrão de referência: cor laranja a marrom avermelhada (esperado), indicando resultado negativo.

b) Positivo: coloração amarela, indicando a presença de cloretos.

O resultado positivo para cloretos pode ter outras origens que não as fraudes de sal com intenção de mascarar uma adição de água no leite. Fatores como alimentação do animal, raça, mastite, estágio da lactação, entre outros, podem causar desequilíbrio salino no leite

levando a um resultado positivo para o teste (AGUILAR; SARAN NETTO; VIDAL, 2018). Portanto, em caso de resultado positivo para cloretos, o médico veterinário realizará uma visita técnica para investigar junto ao produtor as possíveis causas para esse resultado, analisando a dieta dos animais e recolhendo informações sobre o rebanho do qual o leite é proveniente. Descoberta a causa, orientações serão passadas ao produtor para que o mesmo execute as ações corretivas, evitando, assim, posteriores condenações e prejuízos, pois o leite que apresentar resultado positivo para cloretos não é recebido pelo Laticínio.

Figura 5 - Resultados da análise da presença de cloretos



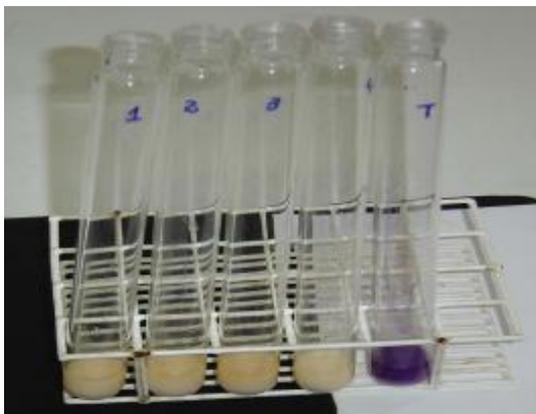
Fonte: Mendes (2010).

3.2.1.5.2 Determinação de presença de amido

A técnica tem por objetivo determinar fraude no leite por adição de amido e se fundamenta na verificação do desenvolvimento de coloração azulada após o aquecimento e adição de solução de iodo/iodeto de potássio (lugol) à amostra de leite em presença de amido. O aquecimento promove abertura da cadeia helicoidal (forma espiral) da molécula de amido, possibilitando a adsorção do iodo, com o desenvolvimento da coloração azul.

Para proceder a análise é necessário pipetar 10 mL de leite em um tubo de ensaio. Aquecer a amostra em chama de bico de Bunsen ou até a fervura. Após a fervura, resfriar a amostra em água corrente e acrescentar 2 a 4 gotas de lugol. Os resultados podem ser visualizados na Figura 6.

Figura 6 - Resultados da análise para presença de amido. Coloração azulada indica resultado positivo. Coloração inalterada ou levemente amarelada indica resultado negativo.



Fonte: Mendes (2010).

O amido é uma substância de baixo custo e sua adição ao leite tem por objetivo corrigir a densidade deste, quando o leite também é fraudado com água (AGUILAR; SARAN NETTO; VIDAL, 2018).

3.2.1.5.3 Determinação de presença de álcool

A realização dessa técnica tem como objetivo determinar fraude por adição de álcool ao leite. A detecção de álcool se dá pela formação de coloração verde ao reagir com solução sulfocrômica.

O procedimento baseia-se em adicionar 100 mL da amostra de leite e 10 mL de antiespumante em um kitazato com rolha de 500 mL. No tubo de ensaio, adiciona-se 2 mL de solução sulfocrômica, tampar com papel alumínio e mergulhar nessa solução a extremidade de uma pipeta de Pasteur acoplada ao kitazato por um tubo de silicone ou látex, formando um sistema fechado. Coloca-se sobre a tela de amianto, no suporte de ferro, o kitazato, de forma que a chama do bico de Bunsen fique centralizada. Ferver a amostra contida no Kitazato por 5 minutos. Após a fervura, desliga-se a chama e levanta-se a pipeta de Pasteur. Realizar a leitura dos resultados:

a) Negativo: coloração da solução sulfocrômica inalterada ou levemente amarelo acinzentada.

b) Positivo para presença de álcool etílico: coloração de tonalidade verde da solução.

A adição fraudulenta de água no leite altera a crioscopia do produto. Dessa forma, o álcool etílico é adicionado ao leite com o intuito de corrigir a crioscopia, pois o álcool

apresenta temperatura de congelamento inferior a da água, equilibrando o índice crioscópico e mascarando a adição de água (AGUILAR; SARAN NETTO; VIDAL, 2018).

3.2.1.5.4 Determinação de presença de ureia (urina)

A análise tem por procedimento transferir para um tubo de ensaio 1 mL de leite e adicionar 1 mL de cada reagente: U1 (ácido sulfúrico), U2 (ácido clorídrico) e U3 (álcool etílico). Agitar a amostra e observar, imediatamente, a coloração formada:

- a) Resultado positivo: a amostra apresentará coloração rósea.
- b) Resultado negativo (esperado): coloração inalterada.

Além da água, outros líquidos são adicionados para se aumentar o volume de leite, como a urina, por exemplo. A urina tem baixo ponto de congelamento, sendo difícil de ser detectada, porém apresenta menor densidade quando comparada ao leite e, caso não haja correção da sua densidade, será detectada pelos testes de rotina (FAGNANI, 2016).

A adição de ureia tem como objetivo recompor a composição proteica do leite, já que a adição de água dilui a concentração de proteínas do leite. A ureia possui nitrogênio em sua composição e, como as análises de rotina não diferenciam nitrogênio proteico do nitrogênio não proteico, a ureia é mensurada como proteína total. Além disso, a ureia é um componente natural do leite, sendo a fraude por sua adição de difícil detecção. Valores acima de 40 mg/dl podem indicar fraude ou desequilíbrio nutricional dos animais. O principal problema envolvendo essa fraude é que a ureia utilizada é a mesma usada como fertilizante agrícola e que apresenta formol como conservante, composto extremamente tóxico e cancerígeno, colocando em risco a saúde do consumidor (FAGNANI, 2016).

3.2.1.6 Pesquisa de conservantes

Para evitar a deterioração do leite por microrganismos, substâncias conservantes são adicionadas de maneira fraudulenta. As principais são o hipoclorito de sódio e o formol. Assim, torna-se essencial a utilização de técnicas para a determinação da presença dessas substâncias no leite.

3.2.1.6.1 Determinação de presença de cloro e hipoclorito de sódio

A técnica se fundamenta na formação do iodo livre a partir do iodeto de potássio, pela ação do cloro livre ou hipoclorito. A metodologia da análise constitui-se em adicionar 5 mL de leite e 0,5 mL (ou 10 gotas) de iodeto de potássio a 7,5% (m/v) em um tubo de ensaio.

Agitar a amostra e observar a coloração formada. Na presença de cloro livre, aparecerá a coloração amarela (se necessário, confirmar pela adição de 1 mL de solução de amido a 1%, que desenvolverá a coloração azul). Se não houver mudança de coloração para amarelada, então deve-se realizar a pesquisa de hipocloritos adicionando-se ao mesmo tubo 4 mL de solução de ácido clorídrico (PA) e colocar em banho-maria a 80 °C por 10 minutos. Após, esfriar a amostra em água corrente e verificar a coloração formada. O aparecimento da coloração amarela indica a presença de hipoclorito (se necessário, também confirmar pela adição de gotas de solução de amido a 1%, que desenvolverá a coloração azul ou violeta). Os resultados podem ser interpretados da seguinte maneira:

- a) Leite normal: sem alteração imediata.
- b) Leite adulterado: aparecimento imediato da coloração amarela.

3.2.1.6.2 Determinação de presença de formol (formaldeído)

Para a realização da técnica é necessário colocar em um tubo de ensaio 5 mL de leite e 2 mL de Floroglucina 1%. Agitar e adicionar 2 mL de solução de hidróxido de sódio 10% (NaOH – 10%). A floroglucina reage com o formol produzindo o derivado hidroximetilado de coloração vermelha a rosa salmão. O uso do hidróxido de sódio é para conferir pH alcalino, o que é indispensável para que a reação ocorra.

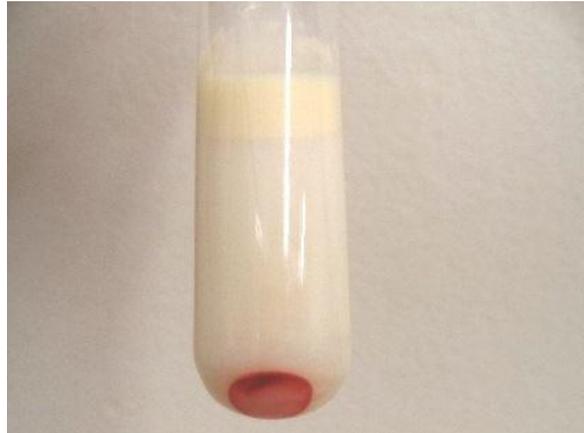
A leitura dos resultados é feita através da observação da coloração formada:

- a) Coloração rosa salmão ou vermelho: presença de formol.
- b) Coloração branca (ou levemente esverdeada): ausência de formol.

3.2.1.7 Pesquisa de impurezas – determinação da presença de sangue

O princípio desta análise é a separação das hemácias por centrifugação. Os glóbulos vermelhos do sangue precipitam devido seu maior peso por ação da centrifugação, possibilitando a observação da sua presença no fundo do tubo. Para efetuar o procedimento da técnica é preciso adicionar em um tubo de ensaio 10 mL de leite e colocar a amostra na centrífuga. Centrifugar a 1200 – 1500 RPM por 5 minutos. Em caso de resultado positivo, é notável a presença de um precipitado avermelhado no fundo do tubo (Figura 7). Se não houver mudança na coloração da amostra, o resultado da análise para presença de sangue será negativo.

Figura 7 - Resultado positivo para presença de sangue



Fonte: Fangmeier (2017).

3.2.1.8 Determinação da estabilidade térmica do leite – fervura

O teste de fervura (Figura 8) compreende-se em adicionar certo volume de leite em um Becker de 100 mL, não devendo encher até a superfície do recipiente para evitar o derramamento do leite. O Becker contendo leite deve ser colocado sobre um suporte com tela de amianto, de forma que a chama do bico de Bunsen fique centralizada, para proceder o aquecimento da amostra até a fervura. Quando a acidez do leite é elevada, há precipitação das suas proteínas pelo aquecimento.

Figura 8 - Teste de Fervura



Fonte: Autor (2019).

3.2.1.9 Pesquisa de resíduos de antibióticos

A presença de resíduos de antibióticos no leite pode causar problemas à saúde do consumidor, além de prejuízos para a indústria devido à inibição de culturas lácteas que são essenciais para a produção dos derivados do leite. Dessa forma, as seguintes análises são realizadas com o objetivo de detectar a presença desses resíduos, garantindo a qualidade da matéria-prima e a segurança dos produtos fabricados.

3.2.1.9.1 Kit BetaStar S Combo

BetaStar S Combo é um teste que detecta rapidamente betalactâmicos, tetraciclina e desfurilceftiofur em leite cru e fundamenta-se na reação entre os possíveis antibióticos presentes na amostra com substâncias existentes na tira de teste do kit. Para efetuar o teste é preciso adicionar partes iguais das amostras de leite dos diferentes compartimentos do caminhão (F+M+T) com o dosador em um Becker, formando uma amostra única. Utilizando a pipeta fornecida pelo kit, dispensar no fundo do frasco de plástico 0,4 mL de leite da amostra. Colocar o frasco contendo o leite no bloco aquecedor e inserir a tira de teste, de modo que as setas da tira estejam voltadas para baixo no frasco. Incubar a tira de teste no frasco a 47,5 °C por 5 minutos (Figura 9). Ao término da incubação, remover a tira do frasco e interpretar o resultado comparando as intensidades das linhas de teste dos antibióticos (linhas 2, 3 e 4) com a linha controle (1):

- a) Negativo: todas as linhas da tira apresentam-se mais escuras que a linha controle.
- b) Positivo: ausência de alguma linha ou alguma com tonalidade menos intensa que a linha controle.

Figura 9 - Incubação da tira de teste



Fonte: Autor (2019).

3.2.1.9.2 CMT (Copan Milk Test)

O teste CMT para pesquisa de resíduos de antibióticos é realizado através de um tubo reagente, no qual é adicionado 100 µl de leite. O tubo reagente contendo a amostra deve ser incubado em um bloco aquecedor a 64 °C por 3 horas. A leitura é feita mediante a observação da coloração apresentada pela amostra (Figura 10). Os resultados podem ser interpretados da seguinte maneira:

- Coloração roxa: positivo (amostra com antibiótico acima do limite do teste).
- Coloração amarela: negativo (amostra livre de antibióticos, conforme sensibilidade do teste).

Figura 10 - Cartão de cores para interpretação dos resultados



Fonte: Autor (2019).

3.2.1.10 Avaliação do leite por enzimas – determinação da fosfatase alcalina

A fundamentação da técnica é a utilização de tiras reativas para avaliação da eficiência do tratamento térmico através da pesquisa qualitativa da presença ou ausência da enzima fosfatase alcalina em amostras de leite. Esta enzima deve estar ausente (teste negativo) se o processo de pasteurização ocorreu corretamente.

O teste é rápido (três minutos) e é realizado através da adição de 10 mL da amostra de leite em um Becker e, posteriormente, a inserção da fita indicadora de fosfatase alcalina por 10 segundos. Retirada a fita, deve-se aguardar três minutos à temperatura ambiente e interpretar os resultados através da coloração da tira:

- a) Esperado: Sem alteração da cor inicial, pasteurização eficiente; (amarelo bem claro).
- b) No caso de desenvolvimento da cor amarela forte-intensa é sinal de pasteurização ineficiente (o desenvolvimento da cor amarela é proporcional à deficiência da pasteurização). Por exemplo: o leite cru desenvolve uma cor amarelo forte.

3.2.2. Análises microbiológicas do leite

As análises descritas a seguir são executadas a fim de se avaliar a qualidade microbiológica da matéria-prima recebida e dos seus derivados lácteos produzidos.

3.2.2.1 Redutase

A técnica baseia-se na transferência de elétrons (pelos microrganismos) dos constituintes do leite para o oxigênio e corantes reduzíveis, avaliando o nível de contaminação do leite por meio da atividade dos microrganismos na amostra. Essa atividade é analisada através do TRAM (tempo de redução do azul de metileno).

A análise é realizada adicionando-se, em um tubo de ensaio com tampa esterilizado, 1 mL de azul de metileno e 10 mL de leite com pipetas também esterilizadas. Após, é necessário inverter o tubo três vezes (sem agitar) e incubá-lo a 37 °C. Se houver descoramento após essas inversões, anotar TRAM: P.I. (pré-incubação). Não havendo descoramento, inverter o tubo e incubar mais 30 minutos, repetindo este procedimento até o final da análise com inversões suaves e incubações sucessivas ao final de cada período de 30 minutos. Considerar final de teste o descoramento de 4/5 do volume contido no tubo. Quanto maior o tempo de degradação, menor a atividade bacteriana.

3.2.2.2 Contagem padrão de microrganismos mesófilos aeróbios estritos e facultativos viáveis em produtos de laticínio no meio de cultura PCA (*Plate Count Agar*)

Antes de iniciar o procedimento deve-se higienizar as mãos, o local de trabalho e o exterior das amostras coletadas com álcool 70% (nesse caso as amostras são os pacotes de leite pasteurizado da fabricação do dia). Identificar as placas de Petri esterilizadas com a data, tipo de amostra e diluição (10^{-1} por conta da alíquota adicionada). As embalagens dos pacotes devem ser abertas assepticamente com material esterilizado em chama (flambado). Procurar trabalhar sempre próximo a chama do bico de Bunsen. Com o uso de pipetas de 5 mL esterilizadas, pipetar assepticamente 0,1 mL da amostra na placa de Petri. Após, adicionar 10-15 mL de PCA (*Plate Count Agar*) fundido e resfriado a 43-45 °C em cada placa e homogeneizar em forma de '8'. Deixar o Agar solidificar e incubar as placas invertidas em estufa a 34 ± 2 °C por 24 a 36 horas. Posteriormente, verificar o crescimento de colônias nas placas e realizar contagem de todas as colônias no contador de colônias de placas. Anotar os resultados da contagem.

3.2.2.3 Contagem de coliformes totais e coliformes termotolerantes em laticínio no meio de cultura VRB (*Violet Red Bile Agar*)

A análise é realizada com o intuito de avaliar a qualidade dos produtos acabados para liberação dos mesmos para venda ao consumidor, verificar, supervisionar a qualidade da higiene pessoal de manipuladores de alimentos e sanitização de objetos e outros insumos utilizados na fabricação dos produtos.

Para a execução da análise, primeiramente, deve-se higienizar as mãos e o local de trabalho (capela de análises microbiológicas) com álcool 70%, além de limpar assepticamente com álcool o exterior dos recipientes contendo as amostras e utensílios. As amostras coletadas para essa análise são as do leite do cano, leite dos tachos de fabricação de queijos, soro e leite dos pacotes da produção do dia. As placas de Petri esterilizadas devem ser devidamente identificadas com a data, diluição (10^0) e tipo de amostra (cano, soro, pacote ou tacho). Trabalhar sempre próximo à chama do bico de Bunsen. Após abrir assepticamente as amostras, pipetar 1 mL de cada amostra na sua placa de Petri correspondente e verter 10-15 mL de VRB (*Violet Red Bile Agar*) fundido e resfriado a 43-45 °C em cada placa. Homogeneizar em forma de '8' e deixar o Agar solidificar. Incubar as placas invertidas em estufa a 34 ± 2 °C por 24 horas e, posteriormente, verificar o crescimento de colônias nas placas. Os resultados são obtidos por meio da contagem no contador de colônias de placas,

contendo de 25 a 150 colônias típicas de coliformes (colônia rósea, com 0,5 a 2 mm de diâmetro, rodeadas ou não por uma zona de precipitação da bile presente no meio). Os resultados da contagem devem ser expressos em UFC/mL ou AUSENTE, se não houver crescimento.

4. REFERENCIAL TEÓRICO

4.1. Leite

O leite é o produto resultante da ordenha completa e contínua, em condições de higiene, de vacas com boa saúde, devidamente alimentadas e descansadas. Quando proveniente de outros animais, o leite deve conter o nome da espécie de que proceda (BRASIL, 2011). Considerado o mais nobre entre os alimentos, o leite possui uma composição rica em proteína, gordura, carboidratos, vitaminas e minerais, oferecendo nutrição e proteção imunológica ao neonato (MÜLLER, 2002).

A composição do leite se altera em função de fatores como espécie, raça, individualidade, dieta, fase de lactação, entre outros. Porém, normalmente, o leite é composto por 87% de água e de 13% de sólidos (gordura, lactose, proteína e sais minerais), os quais são denominados de extrato seco total (EST) e constituem a fração nutritiva do leite (SARAN NETTO; VIDAL, 2018). Quanto maior os valores de proteína e gordura do leite, maior o rendimento na produção dos seus derivados, sendo o valor industrial do leite determinado pelo seu teor de sólidos (DIAS; ANTES, 2014).

Os componentes do leite permanecem em equilíbrio, de modo que a relação entre eles é muito estável. O conhecimento dessa estabilidade é a base para os testes que são realizados com o objetivo de apontar a ocorrência de problemas que alteram a composição do leite. Uma redução substancial da concentração de lactose ou dos sólidos totais poderia levantar suspeitas de adição fraudulenta de água, após a ordenha. Nesse caso, ocorrem alterações das propriedades físicas do leite, facilmente detectáveis em laboratório (SARAN NETTO; VIDAL, 2018, p.23).

O leite de boa qualidade deve ser branco opalescente e homogêneo. Não deve apresentar sabores e odores estranhos, além de apresentar-se isento de neutralizantes de acidez, reconstituintes de densidade, resíduos de antibióticos e outros agentes inibidores do crescimento microbiano (BRASIL, 2011). Através da avaliação dos parâmetros na propriedade, indústria e laboratórios, são obtidas informações que são essenciais ao direcionamento das ações para melhoria da qualidade do leite e conformidade com a

legislação, assegurando aos consumidores produtos mais nutritivos e seguros (DIAS; ANTES, 2014).

4.2. Alizarol

A estabilidade térmica e a composição do leite são fatores indispensáveis para a obtenção de condições adequadas de processamento, além de maior tempo de prateleira e qualidade dos produtos destinados ao consumidor. O primeiro avaliador da qualidade, feito ainda na propriedade rural, é o teste do alizarol (CONTI; SANTOS, 2009). O teste do alizarol consiste na adição de alizarina em uma solução de álcool etílico. É rápido e amplamente empregado nas plataformas de recepção como indicador do pH e da estabilidade térmica do leite (AGUILAR; SARAN NETTO; VIDAL, 2018).

O procedimento é realizado misturando-se volumes iguais de leite e alizarol. A solução alcoólica atua desidratando o leite, simulando os efeitos da pasteurização, já a alizarina desempenha o papel de indicador de pH por meio da cor (CONTI; SANTOS, 2009). A leitura é realizada mediante a observação da cor e da presença de precipitados ou grumos, sendo o leite ácido aquele que apresenta coloração amarelada e formação de grumos (DIAS; ANTES, 2014).

A acidez desenvolvida ou acidez adquirida é causada pela ação de bactérias que se multiplicam no leite e formam ácido láctico a partir da lactose. Durante esse processo de fermentação, ocorrem também outras fermentações que alteram o sabor e o aroma do leite, caracterizando-o como ácido. Para que se reduza a possibilidade da multiplicação de tais bactérias, cuidados higiênicos durante e após a ordenha devem ser tomados, assim também como o proporcionamento de condições de conservação e temperatura adequadas (BRITO; BRITO, 1998).

A prova do alizarol já não é mais utilizada em diversos países onde o leite possui satisfatória qualidade microbiológica. Todavia, no Brasil, a utilização de tal prova deve ser com bastante critério, pois condições como estação do ano, dieta e estágio da lactação podem interferir nessa metodologia, pois estão associadas às variações na estabilidade térmica do leite (AGUILAR; SARAN NETTO; VIDAL, 2018). Segundo a Instrução Normativa N° 77, o leite que não atender à exigência quanto ao teste do Alizarol não deve ser coletado (BRASIL, 2018).

4.3. Antibiótico

Devido sua importância para os programas de tratamento de mastite e de outras doenças responsáveis por perdas significativas, os antibióticos são indispensáveis para a bovinocultura de leite moderna, mesmo com o risco da presença de resíduos no leite (SANTOS, 2000). Os antibióticos podem ser absorvidos pela corrente sanguínea e eliminados pelo leite. Dessa forma, a ocorrência de resíduos não se deve apenas ao tratamento intramamário de mastites, mas também ao uso de antibióticos injetáveis, por infusão uterina e por via oral (SANTOS, 2000).

A inibição de culturas lácteas necessárias para a fabricação de queijos, iogurtes e outros produtos fermentados é o problema de maior relevância para a indústria (BRITO; LANGE, 2005). O leite que apresenta resíduos de antibióticos impede o crescimento de microrganismos sensíveis usados como "semente", impedindo, dessa forma, a produção desses derivados (BRITO; BRITO, 1998). Segundo Brito e Brito (1998, p.16) "Do ponto de vista da proteção ao consumidor, os resíduos de drogas podem acarretar problemas sérios (reações de hipersensibilidade, toxicidade subcrônica e crônica, teratogenicidade, carcinogenicidade etc.), além da possibilidade de interferência com a microflora intestinal humana".

Para que problemas com resíduos de antibióticos no leite sejam evitados, o produtor deve fazer uso de antibióticos apenas em casos recomendados pelo médico veterinário, respeitando-se o período de carência estabelecido para cada medicamento e com o descarte do leite dos animais em tratamento (DIAS; ANTES, 2014). O leite de todos os quartos mamários das vacas tratadas deve ser descartado, pois os antibióticos aplicados em apenas um quarto são absorvidos pela corrente sanguínea e eliminados pelos outros quartos. Outra medida também a ser tomada é a realização da ordenha dos animais tratados por último, a fim de se evitar a contaminação do leite do tanque (BRITO; LANGE, 2005).

A pasteurização apresenta pouco ou nenhum efeito sobre o conteúdo de resíduos de antibióticos no leite. Produtos lácteos produzidos a partir de leite com resíduos apresentam alteração na sua qualidade e odores desagradáveis, criando uma imagem negativa ao consumidor. Logo, muito deve ser feito para assegurar a qualidade e a segurança do leite que sai da propriedade (BRITO; LANGE, 2005).

4.4. Crioscopia

O índice crioscópico ou crioscopia é definido como a temperatura de congelamento do leite e é um importante parâmetro analítico na determinação da qualidade física desse produto (AGUILAR; SARAN NETTO; VIDAL, 2018). Esse índice é considerado uma prova precisa, pois a temperatura de congelamento é a mais constante das características do leite, tendo por finalidade a detecção de fraudes por adição de água (BECCHI, 2003).

Conforme Tronco (1997), citado por Dias; Antes, (2014, p. 12), “a determinação do índice crioscópico pode ser feita com equipamento eletrônico digital, chamado crioscópio, que faz o rápido resfriamento de uma amostra de 2,5 mL de leite até $-3,0\text{ }^{\circ}\text{C}$, seguido de imediata cristalização desta amostra, induzida por vibração mecânica”. A legislação brasileira estabelece valores para o índice crioscópico de $-0,530\text{ }^{\circ}\text{H}$ a $-0,555\text{ }^{\circ}\text{H}$ (equivalentes a $-0,512\text{ }^{\circ}\text{C}$ e a $-0,536\text{ }^{\circ}\text{C}$) (BRASIL, 2018). Quando se tem adição fraudulenta de água no leite, o índice crioscópico se eleva em direção ao ponto de congelamento da água ($0\text{ }^{\circ}\text{C}$) (BOTARO; SANTOS, 2008).

A crioscopia também pode apresentar variações em faixas fora das aceitáveis pela legislação que podem ser originadas por fatores como raça, dieta, estágio de lactação, estação do ano, composição do leite e região geográfica (ARCARI; SANTOS, 2012). Valores menos negativos para o ponto de congelamento do leite foram apresentados por raças com menores produções de sólidos totais no leite, como é o caso da raça Holandês comparada à raça Jersey. Em relação à idade e ao estágio de lactação, animais com menos de 100 dias de lactação proporcionaram maiores valores do ponto de congelamento do leite em relação àqueles que já ultrapassaram esse período. Animais alimentados com dietas de baixa qualidade podem apresentar índice crioscópico de até $-0,480\text{ }^{\circ}\text{C}$ (ARCARI; SANTOS, 2012).

A oferta de forragens é influenciada pelo clima e estação do ano. Quando esta apresenta-se baixa, há limitação da quantidade de energia disponível na alimentação dos animais, ocasionando a redução da lactose do leite. A lactose é um regulador da pressão osmótica e é responsável por 50% da diminuição do ponto de congelamento do leite. Portanto, o clima e a época do ano são fatores que exercem influência sobre o índice crioscópico. A ingestão de água antes da ordenha, quando elevada, pode provocar acentuada queda da pressão osmótica do sangue e do leite, resultando no aumento do índice crioscópico (ZAMBON, 2012).

Embora o índice crioscópico seja utilizado para indicação de adulteração do leite por adição de água, prática realizada por produtores com objetivo de fraudar o leite, fatores como

os descritos acima também provocam variações na crioscopia do leite. Portanto, antes de concluir um diagnóstico sobre fraude, esses fatores também devem ser considerados a fim de que as reais causas que possam estar acometendo o ponto de congelamento do leite sejam elucidadas (ARCARI; SANTOS, 2012).

4.5. Contagem bacteriana total

A contagem bacteriana total (CBT) é expressa em unidades formadoras de colônia por mililitro (UFC/mL) e retrata a contaminação bacteriana do leite proveniente das condições de higiene na obtenção e na conservação do mesmo (ARAÚJO et al., 2013). De acordo com Dias e Antes (2014, p.14), "O leite secretado de glândula mamária sadia possui número de bactérias variando de 100 UFC/mL a 1.000 UFC/mL. O leite cru em condições normais pode apresentar em torno de 10.000 UFC/mL e o limite de 100.000 UFC/mL é indicativo de leite com qualidade".

A falta de higiene no decorrer da ordenha, tetos sujos, limpeza deficiente de equipamentos e utensílios, além de problemas durante o resfriamento do leite, estão associados ao aumento da CBT. O pré e pós-*dipping* são medidas essenciais para a qualidade do leite e controle da mastite, tais medidas são executadas para se reduzir os microrganismos presentes na pele dos tetos, diminuindo o risco de infecções intramamárias e a contaminação do leite (SANTOS, 2004).

Segundo Lange e Brito (2000), citado por Dias; Antes, (2014, p. 14), "Altas contagens de bactérias podem comprometer o processamento do leite e seus derivados em função de problemas de acidificação e coagulação, produção de gás, aparecimento de gosto amargo, coagulação sem acidificação, aumento de viscosidade, alteração de cor e pela produção de sabores e odores indesejáveis". As formas esporuladas de microrganismos patogênicos não são eliminadas por tratamentos térmicos convencionais, ainda, enzimas e toxinas termorresistentes continuam viváveis no leite após seu processamento, ameaçando a saúde do consumidor (AGUILAR; SARAN NETTO; VIDAL, 2018).

A Instrução Normativa Nº 77 estabelece que as análises de CBT do leite cru refrigerado dos tanques individuais ou comunitários realizadas pela RBQL (Rede Brasileira de Laboratórios de Controle da Qualidade do Leite) sejam no mínimo mensais. Já a IN 76/2018 define que as médias geométricas trimestrais de contagem bacteriana total não devem ser superiores a 300.000 UFC/mL. Antes do seu beneficiamento pela indústria, o leite cru refrigerado deve apresentar CBT máxima de 900.000 UFC/mL (BRASIL, 2018).

O monitoramento da contagem bacteriana total é imprescindível para obtenção de melhorias na qualidade do leite, pois essa contribui na avaliação dos procedimentos de ordenha e estocagem da matéria-prima na propriedade rural, além de possibilitar a interpretação dos prováveis efeitos sobre o rendimento industrial e a segurança do produto (AGUILAR; SARAN NETTO; VIDAL, 2018).

4.6. Contagem de células somáticas

Quando ocorre um processo inflamatório no úbere, as células de defesa (leucócitos) passam do sangue para o leite, na tentativa de combater qualquer irritação ou infecção presente. Essas células, quando presentes no leite, são chamadas de células somáticas, sendo primariamente constituídas por neutrófilos, macrófagos e linfócitos. A soma dessas células no leite é que representa a “Contagem de Células Somáticas” (CCS) (VEIGA, 1998, p. 8).

A contagem de células somáticas é um dos parâmetros para se determinar a qualidade do leite. A elevação dos seus níveis na matéria-prima está diretamente relacionada com a incidência de mastite. As infecções na glândula mamária são o principal fator de aumento da quantidade de células somáticas no leite, porém, outros fatores também podem promover alterações na contagem de células somáticas, como estágio da lactação, ordem de parto, raça, estação do ano e estresse térmico (AGUILAR; SARAN NETTO; VIDAL, 2018).

Segundo KITCHEN (1981), citado por MÜLLER (2002, p. 208), “o leite proveniente de quartos mamários sadios possui de 50 a 200 mil células/mL. Na ocorrência de infecção, dependendo da sua severidade e do tipo de microrganismo causador, as contagens podem alternar de 200 a 5.000×10^3 células/mL de leite”. Como afirma KITCHEN (1981), citado por MÜLLER (2002, p. 207) “com a elevação da contagem de células somáticas, aspectos como a composição do leite, atividade enzimática e tempo de coagulação são influenciados negativamente”. Portanto, ocasiona prejuízos na produtividade e qualidade do leite e seus derivados.

A implantação de programas de controle da mastite com tratamento dos casos clínicos, descarte dos casos crônicos e tratamento de vacas secas, juntamente com a adesão de boas práticas de ordenha, higiene e manutenção dos equipamentos são medidas cruciais para o controle da mastite e redução da CCS do leite do rebanho (DIAS; ANTES, 2014). A CCS no leite, em nível individual ou de tanque, é uma preciosa ferramenta no monitoramento de mastite subclínica no rebanho, na estimativa das perdas na produção e na qualidade do leite, além de auxiliar no estabelecimento de medidas de controle e prevenção da mastite

(MÜLLER, 2002). A legislação vigente determina que o leite cru refrigerado apresente médias geométricas trimestrais de contagem de células somáticas de no máximo de 500.000 CS/mL (BRASIL, 2018).

5. CONSIDERAÇÕES FINAIS

O leite é um alimento completo, contendo proteínas, vitaminas e minerais essenciais ao desenvolvimento humano. Além do seu valor nutricional, o leite desempenha importante papel social e econômico, gerando emprego e renda para milhões de pessoas no país.

A qualidade do leite é um dos maiores entraves para a consolidação das indústrias de beneficiamento do leite no país, pois a qualidade da matéria-prima irá influenciar diretamente no valor nutricional, na segurança e no tempo de prateleira dos derivados lácteos produzidos. Para obtenção de um leite de qualidade são necessários cuidados desde a sanidade e nutrição dos animais até o armazenamento e transporte do leite para a indústria. Portanto, a qualidade do leite é um resultado do trabalho conjunto entre produtores, técnicos e o laticínio.

O monitoramento da qualidade do leite pelas indústrias de laticínios é essencial para a obtenção e fornecimento de produtos de alto padrão para consumidores cada vez mais exigentes. E, para isso, a indústria promove programas de pagamento por qualidade e assistência técnica especializada aos produtores, de forma a buscar melhorias contínuas na qualidade da matéria prima a ser recebida. Ao produzir um leite de qualidade, os produtores recebem mais pelo mesmo, possibilitando, assim, maior investimento na atividade e competitividade no mercado. Dessa forma, o estágio realizado nesse setor pecuário é de grande importância para o crescimento acadêmico e profissional. Através desse, foi possível associar os conhecimentos teóricos adquiridos ao longo do curso com a prática vivenciada na indústria.

REFERÊNCIAS

AGUILAR, E. G.; SARAN NETTO, A.; VIDAL, A. M. C. Qualidade microbiológica do leite. In: VIDAL, A. M.C.; SARAN NETTO, A. (Org.). **Obtenção e processamento do leite e derivados**. Pirassununga: Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos da Universidade de São Paulo, 2018. 220 p.

ARAÚJO, A.P. et al. Qualidade do leite na bovinocultura leiteira. **PUBVET**, Londrina, V. 7, N.22, Ed. 245, Art. 1620, Novembro, 2013.

ARCARI, M. A.; SANTOS, M. V. **Fatores que podem alterar a crioscopia do leite**. Milkpoint, Maio 2012. Disponível em: <<https://www.milkpoint.com.br/colunas/marco-veiga-dos-santos/fatores-que-podem-alterar-a-crioscopia-do-leite-204319n.aspx>> Acesso em: 28 de mai. 2019.

BECCHI, C. S. **Estudo do índice crioscópico do leite tipo B “in natura” produzido na bacia leiteira do vale do Taquari, RS**. 2003. 101 p. Dissertação (Mestre em Ciências Veterinárias)- Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2003.

BOTARO, B.; SANTOS, M. V. **Entendendo a variação da crioscopia do leite**. Milkpoint, Agosto 2008. Disponível em: <<https://www.milkpoint.com.br/colunas/marco-veiga-dos-santos/entendendo-a-variacao-da-crioscopia-do-leite-46948n.aspx>>. Acesso em: 28 de mai. 2019.

BRASIL. Instrução Normativa n.º 62, de 29 de dezembro de 2011. **Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento**. Diário Oficial da União, Brasília, 30 dez. 2011. Seção 1.

BRASIL. Instrução Normativa n.º 76, de 26 de novembro de 2018. **Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento**. Diário Oficial da União, Brasília, 30 nov. 2018. Seção 1, p. 9.

BRASIL. Instrução Normativa, n.º 77, de 26 de novembro de 2018. **Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento**. Diário Oficial da União, Brasília, 30 nov. 2018. Seção 1, p. 10.

BRITO, J. R. F.; BRITO, M. A.V.P.; **Qualidade higiênica do leite**. Juiz de Fora: EMBRAPA-CNPGL-ADT, 1998.17 p.(EMBRAPA-CNPGL Documentos, 62).

BRITO, M. A. V.P.; LANGE, C. C. **Resíduos de antibióticos no leite**. Juiz de Fora: Embrapa gado de leite, 2005. 3 p. (Embrapa Gado de Leite, Comunicado Técnico, 44).

CAMPANHA NACIONAL DE ABASTECIMENTO - CONAB. **Brasil é responsável por cerca de 7% do leite produzido no mundo**. 2018. Disponível em: <<https://www.conab.gov.br/ultimas-noticias/2634-brasil-e-responsavel-por-cerca-de-7-do-leite-produzido-no-mundo>>. Acesso em: 27 mai. 2019.

CONTI, L. H. A.; SANTOS, M. V. **Fatores que afetam a estabilidade térmica do leite ao teste do álcool**. Milkpoint, Outubro 2009. Disponível em:

<<https://www.milkpoint.com.br/colunas/marco-veiga-dos-santos/fatores-que-afetam-a-estabilidade-termica-do-leite-ao-teste-do-alcool-parte-1-57809n.aspx>>. Acesso em: 28 mai. 2019.

COOPERATIVA DOS CAFEICULTORES DA ZONA DE TRÊS PONTAS LTDA – COCATREL. **Produtos**. 2019. Disponível em: <<https://www.cocatre.com.br/produtos>>. Acesso em: 08 Jun. 2019.

DIAS, J. A.; ANTES, F. G. **Qualidade físico-química, higiênico-sanitária e composicional do leite cru: indicadores e aplicações práticas da Instrução Normativa 62** / Juliana Alves Dias, Fabiane Goldschmidt Antes . - Porto Velho, RO: Embrapa Rondônia, 2014.

FAGNANI, R. **Principais fraudes em leite**. Milkpoint, Junho, 2016. Disponível em: <<https://www.milkpoint.com.br/colunas/rafael-fagnani/principais-fraudes-em-leite-100551n.aspx>>. Acesso em: 30 mai. 2019.

FANGMEIER, M. **Pesquisa de sangue em leite**. Janeiro, 2017. Disponível em: <<https://www.milkpoint.com.br/artigos/industria/pesquisa-de-sangue-em-leite-103461n.aspx?r=1072634332>>. Acesso em: 28 mai. 2019.

MENDES, C. G. **Análises de Leite**. 2006. 87 slides. Disponível em: <<http://www2.ufersa.edu.br/portal/view/uploads/setores/126/ipoa/An%C3%A1lise%20de%20leite.pdf>>. Acesso em: 08 Jun. 2019.

MÜLLER, E. E. Qualidade do leite, células somáticas e prevenção de mastite. In: SUL-LEITE: SIMPÓSIO SOBRE SUSTENTABILIDADE DA PECUÁRIA LEITEIRA NA REGIÃO SUL DO BRASIL, II, Agosto, 2002, Toledo, PR. **Anais...** Disponível em: <<http://www.nupel.uem.br/qualidadeleitem.pdf> >. Acesso em: 28 mai. 2019.

PEROBELLI, F. S.; ARAUJO JUNIOR, I. F de; CASTRO, L. S. de. As dimensões espaciais da cadeia produtiva do leite em Minas Gerais. **Nova econ.**, Belo Horizonte, v. 28, n. 1, p. 297-337, Abr. 2018. Disponível em:<http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0103-63512018000100297&lng=en&nrm=iso>. Acesso em: 08 Jun. 2019.

SANTOS, M. V. **Causas da presença de resíduos de antibióticos no leite**. Milkpoint, Junho 2000. Disponível em: <<https://www.milkpoint.com.br/colunas/marco-veiga-dos-santos/causas-da-presenca-de-residuos-de-antibioticos-no-leite-16164n.aspx>>. Acesso em: 28 mai. 2019.

SANTOS, M. V. **Monitoramento da CCS e CBT do tanque**. Milkpoint, Outubro 2004. Disponível em: < <https://www.milkpoint.com.br/colunas/marco-veiga-dos-santos/monitoramento-da-ccs-e-cbt-no-leite-do-tanque-21292n.aspx>>. Acesso em: 28 mai. 2019.

SARAN NETTO, A.; VIDAL, A. M. C. Composição do leite. In: _____. **Obtenção e processamento do leite e derivados**. Pirassununga: Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos da Universidade de São Paulo, 2018. 220 p.

VEIGA, V. M. O. **Diagnóstico da mastite bovina**. Juiz de Fora: EMBRAPA-CNPGL-ADT, 1998. 24 p. (EMBRAPA-CNPGL. Circular Técnica, 51).

VIDAL, A. M.C.; SARAN NETTO, A.; ROSSI, G. A. M. Qualidade microbiológica do leite. In: VIDAL, A. M.C.; SARAN NETTO, A. (Org.). **Obtenção e processamento do leite e derivados**. Pirassununga: Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos da Universidade de São Paulo, 2018. 220 p.

ZAMBON, R. **Alteração no índice crioscópico, fraude ou não?** Noroeste- A maior bacia leiteira do RS, Junho 2012. Disponível em:

<<http://leitenoroeste.blogspot.com/2012/06/alteracao-no-indice-crioscopico-fraude.html>>.

Acesso em 28 de mai. 2019.