

**INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE
GOIÁS
CÂMPUS ITUMBIARA
CURSO DE LICENCIATURA EM QUÍMICA**

MARIA STÉFANE DA SILVA

**AVALIAÇÃO DA INFLUÊNCIA DE DIFERENTES CONCENTRAÇÕES
DE NEUTRALIZANTES SOB DIFERENTES CONDIÇÕES DE ACIDEZ
NA CAPACIDADE DE DETECÇÃO DOS MÉTODOS OFICIAIS DE
ANÁLISE QUALITATIVA EM LEITE**

**ITUMBIARA-GO
2021**



INSTITUTO FEDERAL
Goiás

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
SECRETARIA DE EDUCAÇÃO PROFISSIONAL E TECNOLÓGICA
INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
SISTEMA INTEGRADO DE BIBLIOTECAS

TERMO DE AUTORIZAÇÃO PARA DISPONIBILIZAÇÃO NO REPOSITÓRIO DIGITAL DO IFG - ReDi IFG

Com base no disposto na Lei Federal nº 9.610/98, AUTORIZO o Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Goiás, a disponibilizar gratuitamente o documento no Repositório Digital (ReDi IFG), sem ressarcimento de direitos autorais, conforme permissão assinada abaixo, em formato digital para fins de leitura, download e impressão, a título de divulgação da produção técnico-científica no IFG.

Identificação da Produção Técnico-Científica

- | | |
|--|---|
| ☐ Tese | ☐ Artigo Científico |
| ☐ Dissertação | ☐ Capítulo de Livro |
| ☐ Monografia - Especialização | ☐ Livro |
| ☒ TCC - Graduação | ☐ Trabalho Apresentado em Evento |
| ☐ Produto Técnico e Educacional - Tipo: _____ | |

Nome Completo do Autor: Maria Stéfane da Silva
Matrícula: 20171040030185

Título do Trabalho: Avaliação da influência de diferentes concentrações de neutralizantes sob diferentes condições de acidez na capacidade de detecção dos métodos oficiais de análise qualitativa em leite.

Autorização - Marque uma das opções

- ☐ Autorizo disponibilizar meu trabalho no Repositório Digital do IFG (acesso aberto);
- ☒ Autorizo disponibilizar meu trabalho no Repositório Digital do IFG somente após a data 26/07/2022 (Embargo);
- ☐ Não autorizo disponibilizar meu trabalho no Repositório Digital do IFG (acesso restrito).

Ao indicar a opção **2 ou 3**, marque a justificativa:

- ☐ O documento está sujeito a registro de patente.
☒ O documento pode vir a ser publicado como livro, capítulo de livro ou artigo.
☐ Outra justificativa: _____

DECLARAÇÃO DE DISTRIBUIÇÃO NÃO-EXCLUSIVA

O/A referido/a autor/a declara que:

- o documento é seu trabalho original, detém os direitos autorais da produção técnico-científica e não infringe os direitos de qualquer outra pessoa ou entidade;
- obteve autorização de quaisquer materiais inclusos no documento do qual não detém os direitos de autor/a, para conceder ao Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Goiás os direitos requeridos e que este material cujos direitos autorais são de terceiros, estão claramente identificados e reconhecidos no texto ou conteúdo do documento entregue;
- cumpriu quaisquer obrigações exigidas por contrato ou acordo, caso o documento entregue seja baseado em trabalho financiado ou apoiado por outra instituição que não o Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Goiás.

Itumbiara-GO, 27/07/21
Local Data

Maria Stéfane da Silva
Assinatura do Autor e/ou Detentor dos Direitos Autorais

MARIA STÉFANE DA SILVA

**AVALIAÇÃO DA INFLUÊNCIA DE DIFERENTES CONCENTRAÇÕES
DE NEUTRALIZANTES SOB DIFERENTES CONDIÇÕES DE ACIDEZ
NA CAPACIDADE DE DETECÇÃO DOS MÉTODOS OFICIAIS DE
ANÁLISE QUALITATIVA EM LEITE**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à Banca examinadora do Curso de Licenciatura em Química do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Goiás, Câmpus Itumbiara, como parte dos requisitos necessários para obtenção do título de Licenciado em Química.

Área de Concentração: Química dos Alimentos

Orientador: Dr. João Paulo Victorino Santos

Coorientadora: Dra. Simone machado Goulart

**ITUMBIARA-GO
2021**

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)

S586a Silva, Maria Stéfane da
Avaliação da influência de diferentes concentrações de neutralizantes sob diferentes condições de acidez na capacidade de detecção dos métodos oficiais de análise qualitativa em leite. / Maria Stéfane da Silva. -- Itumbiara, 2021.
39 p. : il. color.
Trabalho de conclusão de curso (Licenciatura em Química) - Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Goiás, Câmpus Itumbiara, 2021.
Orientador: Prof. Dr. João Paulo Victorino Santos
Coorientadora: Profa. Dra. Simone Machado Goulart
1. Leite - Produção 2. Leite - Qualidade 3. Alimentos - Adulteração e inspeção - Legislação.
I. Título. II. Santos, João Paulo Victorino. III. Goulart, Simone Machado. IV. Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Goiás.

CDD 540

Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Goiás
Biblioteca Maria Gabriela Pacheco Pardey / Câmpus Itumbiara
Bibliotecário: Eduardo Pereira Resende CRB1/3266



INSTITUTO FEDERAL
Goiás

MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
SECRETARIA DE EDUCAÇÃO PROFISSIONAL E TECNOLÓGICA
INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE GOIÁS
CÂMPUS ITUMBIARA

MARIA STEFANE DA SILVA

**AValiação DA INFLUÊNCIA DE DIFERENTES CONCENTRAÇÕES DE
NEUTRALIZANTES SOB DIFERENTES CONDIÇÕES DE ACIDEZ NA CAPACIDADE DE
DETECÇÃO DOS MÉTODOS OFICIAIS DE ANÁLISE QUALITATIVA EM LEITE**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à Banca examinadora do Curso de Licenciatura em Química do Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Goiás (IFG), Câmpus Itumbiara, como parte dos requisitos para a conclusão do Curso de Licenciatura em Química e obtenção do título de licenciado em Química.

Área de concentração: Química dos Alimentos.

Aprovada em 15 de julho de 2021.

(Assinado eletronicamente)

Prof. Dr. João Paulo Victorino Santos
Orientador - IFG – Câmpus Itumbiara

(Assinado eletronicamente)

Prof. Esp. Homero Smily Dias Campos
IFG - Câmpus Itumbiara

(Assinado eletronicamente)

Profa. Ma. Jennyfer Ribeiro de Moraes
IFG - Câmpus Itumbiara

ITUMBIARA - GO
2021

Documento assinado eletronicamente por:

- Homero Smily Dias Campos, HOMERO SMILY DIAS CAMPOS - DOCENTE - AELBRA EDUCAÇÃO SUPERIOR - GRADUAÇÃO E PÓS-GRADUAÇÃO S. A. (88332580002885), em 20/07/2021 11:36:59.
- Jennyfer Ribeiro de Moraes, PROF ENS BAS TEC TECNOLÓGICO-SUBSTITUTO, em 19/07/2021 18:57:10.
- Joao Paulo Victorino Santos, PROFESSOR ENS BASICO TECN TECNOLÓGICO, em 19/07/2021 11:52:57.

Este documento foi emitido pelo SUAP em 16/07/2021. Para comprovar sua autenticidade, faça a leitura do QRCode ao lado ou acesse <https://suap.ifg.edu.br/autenticar-documento/> e forneça os dados abaixo:

Código Verificador: 181970
Código de Autenticação: 9537808347



Dedico este trabalho aos meus familiares, professores e amigos que me motivaram durante toda trajetória, tornando possível a realização deste sonho.

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus, por me guiar durante toda caminhada, por me dar força para superar todas as dificuldades encontradas e por todas as bênçãos que ele proporcionou até aqui.

A minha família que sempre me apoiou e esteve comigo a todo instante, em todas as horas em que precisei. Eles foram meus incentivadores, me dando base e suporte que precisava para a conclusão de cada passo dado.

Agradeço também ao Instituto Federal de Goiás – Campus Itumbiara pela oportunidade de fazer o curso de licenciatura em química e pelo apoio financeiro durante a execução do projeto.

Ao meu orientador, prof. Dr João Paulo Victorino Santos e minha coorientadora, prof. Dra. Simone Machado Goulart pelas ideias, pelo incentivo, suporte, compreensão e paciência.

Agradeço a todos os professores que conheci e me orientaram durante a execução do curso, agradeço por todas as conversas, troca de experiências, vivências e orientação para ser um profissional qualificado.

Agradeço por ter encontrado amigos maravilhosos que esteve comigo em todos os momentos importantes, mesmo quando não estávamos na mesma sala, obrigada Bruno Bernardes, Marcus Vinícius, Maria Paula, Danianny Vieira e principalmente minha amiga Karolayne Amorim pela amizade e companheirismo.

Agradeço ao meu amigo e chefe Homero Smily por ter me liberado para a realização das análises na faculdade durante o expediente, pelas orientações, conselhos, dicas e soluções importantes para a construção deste trabalho.

Agradeço a todos que participaram, diretamente e indiretamente desta fase da minha vida.

“Devemos manter a nossa certeza de que depois
dos dias ruins, os bons virão novamente”
(Marie Curie)

RESUMO

A preocupação com o controle de qualidade e segurança do alimento na cadeia produtiva do leite é um foco de desenvolvimento e monitoramento de técnicos e órgãos públicos presentes nesta área, dessa maneira, ações como limpeza de instalações, higiene pessoal, matéria-prima qualificada e maquinário adequado são regulamentados e fiscalizados a fim de evitar riscos de contaminações no produto final. No entanto, ainda é frequente casos de contaminações por agentes químicos como neutralizantes de acidez a fim de ocultar a acidez titulável desenvolvida por microrganismos desenvolvidos devido às más condições de higiene e refrigeração inadequada. Nessa perspectiva, o presente trabalho teve como objetivo avaliar a influência de diferentes concentrações de neutralizantes sob diferentes valores de acidez na capacidade de detecção e sensibilidade analítica dos métodos oficiais de análise de neutralizantes químicos no leite, disponível na Instrução Normativa 68. Para a realização das análises dos neutralizantes, hidróxido de sódio e bicarbonato de sódio, foram utilizados para cada substância 2 litros de leite cru inalterado, fracionados em 11 alíquotas, testados nas condições de 0,14; 0,18; 0,20 e 0,22% de acidez e os neutralizantes testados em concentrações a partir do seu limite de detecção. Verificou-se que a metodologia não é eficaz para detectar as substâncias, à medida que são neutralizados pelos níveis de acidez elevados propositalmente, dessa maneira, é incerto assegurar veemente através da metodologia a qualidade do leite, visto que os métodos de análises não conseguem detectar a existência do hidróxido de sódio e bicarbonato de sódio na sua composição. Dessa forma, é crescente a necessidade de pesquisas que avaliam e validam as metodologias de análise em leite, visto que, se a metodologia é falha, a segurança do alimento é comprometida e este leite poderá ser comercializado, causando danos à saúde do consumidor.

Palavras-chave: Neutralizantes. Fraude. Leite. Bicarbonato de sódio. Hidróxido de sódio.

ABSTRACT

The concern about quality control and food safety in the milk production chain is a focus of the development and monitoring of technicians and state bodies of this area. For this reason, actions such as cleaning facilities, personal hygiene, qualified raw material and appropriate machinery are regulated and inspected in order to avoid the risk of contamination in the final product. However, it is still frequent cases of contamination by chemical agents, such as acidity neutralizers, used in order to hide the titratable acidity generated by microorganisms developed due to poor hygiene conditions and inadequate refrigeration. In this perspective, this paper aimed to evaluate the influence of different concentrations of neutralizing agents under different acidity values on the detection capacity and analytical sensitivity of the official methods of analysis of chemical neutralizers in milk, available in the Normative Instruction 68. For the analyses of the neutralizing agents sodium hydroxide and sodium bicarbonate, were used for each substance 2 liters of unaltered raw milk, divided into 11 aliquots, tested under conditions of 0.14; 0.18; 0.20 and 0.22% acidity and neutralizers tested at concentrations beyond their detection limit. As a result, it was found that this methodology is not effective in detecting the substances as they are purposely neutralized by the high acidity levels. Therefore, it is uncertain to ensure the quality of the milk through this methodology, as the analysis methods cannot detect the existence of sodium hydroxide and sodium bicarbonate in its composition. Hence, there is a growing need for research that evaluates and validates analysis methodologies in milk, since, if the methodology is flawed, the food safety is compromised and this milk can be sold, causing damage to the consumer's health.

Keywords: *Neutralizers. Fraud. Milk. Sodium bicarbonate. Sodium hydroxide.*

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 01 - Análise para o teste da presença de hidróxido de sódio	31
Figura 02 - Análise para o teste da presença de bicarbonato de sódio.....	34

LISTA DE TABELAS

Tabela 01 - Composição média do leite de vaca	18
Tabela 02 - Especificação dos selos de homologação de qualidade	20
Tabela 03 - Especificação do leite tipo A, cru refrigerado e pasteurizado	22
Tabela 04 - Preparo das amostras testadas em relação ao efeito da adição do hidróxido de sódio no leite	25
Tabela 05 - Preparo das amostras testadas em relação ao efeito da adição do bicarbonato de sódio no leite	26
Tabela 06 - Alterações das amostras observadas através da análise oficial após a adição da concentração mínima detectável do NaOH	29
Tabela 07 - Alterações das amostras observadas através da análise oficial após a adição da concentração mínima detectável do NaHCO_3	32

LISTA DE ABREVIATURAS

APPCC	Análise de Perigos e Pontos Críticos de Controle.
BPF	Boas Práticas de Fabricação.
DTAS	Doenças transmissíveis por alimentos
IISPOA	Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem animal.
IN	Instrução Normativa.
IVTF	Infravermelho com Transformada de Fourier.
LD	Limite de Detecção.
MAPA	Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento.
POA	Produtos de Origem Animal
RIISPOA	Regulamento de Inspeção Industrial de Produtos de Origem animal.

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	14
1.1	Objetivos.....	16
1.1.1	Objetivo Geral.....	16
1.1.2	Objetivos Específicos.....	16
1.2	Justificativa	16
2	REFERENCIAL TEÓRICO	18
2.1	Composição e propriedades do leite.....	18
2.2	Qualidade e Legislação Brasileira	19
2.3	Fraudes por neutralizantes de acidez	23
3	METODOLOGIA	24
3.1	Preparação das amostras do hidróxido de sódio para avaliação do LD em diferentes condições de acidez.....	24
3.2	Preparação das amostras do bicarbonato de sódio para avaliação do LD em diferentes condições de acidez.....	25
3.3	Teste qualitativo para detectar a presença do hidróxido de sódio nas amostras	27
3.4	Teste qualitativo para detectar a presença do bicarbonato de sódio nas amostras.....	27
3.5	Teste de Acidez.....	27
3.6	Avaliação dos resultados.....	28
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	28
5	CONSIDERAÇÕES FINAIS	36
	REFERÊNCIAS	37

1 INTRODUÇÃO

Devido ao seu alto valor nutritivo, o leite é considerado um dos alimentos mais completos existentes, fornecendo os nutrientes necessários para o crescimento, desenvolvimento e a manutenção da saúde do homem. Em sua composição estão presentes constituintes como lipídeos, proteínas, carboidratos, água, pequenas quantidades de minerais e diversos componentes solúveis resultantes do plasma sanguíneo. Dessa maneira, o leite possui grande importância na alimentação dos mamíferos (POLLERGRINI *et al.*, 2012).

Como reflexo dessa situação, por se tratar de um alimento perecível, se faz necessário grande eficácia no controle de qualidade e rastreabilidade durante a sua produção, nas etapas de transporte, comercialização e consumo, visto que, podem estar sujeito a qualquer tipo de modificação e/ou variação de seus componentes, estando sujeitos dessa maneira ao procedimento de *recall*¹.

Sob essa ótica do crescimento dos setores lácteos, tornou-se necessários a modernização e padronização de processos que envolvem a qualidade do leite que será comercializado. Diante desse cenário, o Governo Federal criou a primeira normalização, o Regulamento de Inspeção Industrial e Sanitária dos Produtos de Origem Animal (RIISPOA) no ano de 1952, tendo a sua última alteração no ano de 2020. Cumpre evidenciar também a complementação da RIISPOA com a criação da Instrução Normativa (IN) nº 51 em 2020, que dispõe sobre os regulamentos Técnicos de Produção, Identidade e Qualidade do leite e seus derivados (BRASIL, 2002).

De acordo com a IN 76, é proibido acrescentar ao leite substâncias estranhas à sua composição, tais como agentes inibidores do crescimento microbiano, neutralizantes de acidez, reconstituintes da densidade ou do índice crioscópico. Além disso, o leite não deve conter resíduos de produtos de uso veterinário, ou outros contaminantes, dessa maneira, compreende-se que fica expressamente proibido ministrar substâncias estimulantes de natureza que provoque aumento da secreção láctea, que prejudique a saúde do animal e humana (BRASIL, 2018).

Entretanto, apesar da complexidade do processo, ainda é comum ocorrência de fraudes nas indústrias lácteas, pois estas visam um maior lucro, maior rentabilidade ou mascarar um possível

¹ Processo que consiste na remoção de um produto/lote quando há probabilidade dos produtos/lotos estarem adulterados, contaminados ou com alguma matéria-prima acima dos limites estabelecidos pela legislação (BRASIL, 2015).

incidente de contaminantes no leite. Dessa forma, infere-se que dentre as fraudes mais comuns está a ocorrência de neutralizantes de acidez, responsável por recompor o pH do leite, que poderá variar entre 6,4 à 6,8.

A determinação da acidez do leite permite avaliar o estado de conservação do produto, visto que a acidez normal do leite varia de 0,14 a 0,18% (p/v) sob ácido láctico. Diante desse contexto, se o leite for armazenado de forma inadequada após a coleta, o número de microrganismos presentes será bastante elevado, e conseqüentemente haverá aumento da acidez do leite.

Devido ao leite ser de suma importância para obtenção de nutrientes para os seres humanos, é imprescindível que desde a coleta no campo até os processos nas indústrias lácteas, haja um rigoroso controle de qualidade através de inspeções periódicas de acordo com os Procedimentos de Boas Práticas de Fabricação (BPF) e do sistema de Análise de Perigos e Pontos Críticos de Controle (APPCC), evitando ou minimizando em níveis aceitáveis de acordo com a legislação específica, os agentes contaminantes no alimento que colocam em risco a integridade física do consumidor (DIAZ, 2011).

A maior parte dos trabalhos de pesquisa sobre a presença de contaminantes do leite são desenvolvidos tendo como referencial as metodologias oficiais de análise, disponível na IN nº68, esta é responsável por regulamentar métodos analíticos oficiais físico-químicos para o controle de leite e produtos lácteos (BRASIL, 2006). Em contrapartida, poucos trabalhos são desenvolvidos para analisar e verificar os limites de detecção destas metodologias, relacionando a capacidade de detecção do método e a influência destes contaminantes no leite.

Em seu trabalho, Santos (2019) avalia os limites de detecção para substâncias antimicrobianas e redutoras de acidez, com base nos métodos qualitativos oficiais de análise em leite. Conforme mencionado, o referido autor constatou que o teor mínimo em que foi capaz de se detectar presença de hidróxido de sódio na amostra de leite foi a partir de 0,02% de concentração, e para o bicarbonato de sódio foi a partir de 0,05%.

Diante do arcabouço teórico apresentado, o presente trabalho tem como objetivo avaliar a influência de neutralizantes de acidez sob diferentes condições de acidez experimentalmente alteradas sobre a capacidade de detecção dos métodos qualitativos oficiais de análise recomendados pela IN 68 para análises em leite.

1.1 Objetivos

1.1.1 Objetivo Geral

Avaliar a influência de neutralizantes de acidez sob diferentes condições de acidez, experimentalmente alteradas sobre a capacidade de detecção dos métodos qualitativos oficiais de análise recomendados pela IN 68 para análises em leite.

1.1.2 Objetivos Específicos

- Avaliar a capacidade de detecção do neutralizante de acidez hidróxido de sódio pelo método oficial em diferentes condições de acidez do leite
- Avaliar a capacidade de detecção do neutralizante de acidez bicarbonato de sódio pelo método oficial em diferentes condições de acidez do leite

1.2 Justificativa

O leite contém elevado valor nutricional, sendo um dos alimentos mais importantes para o desenvolvimento do ser humano. Nessa perspectiva, o leite é amplamente consumido mesmo na fase adulta, sendo dessa forma, amplamente comercializado. Sob essa ótica, o leite comercializado é uma constante preocupação dos técnicos e autoridades ligados à área de laticínios e saúde dos consumidores, visto que uma série de problemas pode ocorrer se for detectada alguma fraude no leite (MAREZE *et al.*, 2015). Diante desse quadro, se faz necessário que constantemente sejam verificados se estão sendo cumpridos os requisitos legais de qualidade do leite estabelecidos pela legislação vigente.

Tendo em vista os aspectos observados, poucos trabalhos avaliam as metodologias oficiais de análises com base no Manual de Métodos Oficiais para Análise de alimentos de Origem Animal e seus limites de detecção (LD) para a detecção de fraudes, tendo como referencial a IN 68 (BRASIL, 2006), esta regulamenta e oficializa os métodos analíticos oficiais físico-químicos que devem ser adotados para o controle de leite e produtos lácteos.

De acordo com esta ressalva, torna-se necessário evidenciar que entre as fraudes mais comuns no leite, há as fraudes por adição de neutralizantes. Estas são adicionadas geralmente com o intuito de mascarar a acidez elevada decorrente da fermentação microbiana (BRASIL, 2018).

Nesse sentido, os agentes utilizados para a realização da fraude por neutralizantes, possuem o pH básico em meio aquoso de 8,6 à 14, enquanto o ácido láctico em solução aquosa tem o pH na média de 2,43. Vinculada a essa concepção, a adição de hidróxido de sódio e bicarbonato de sódio, tem o propósito de reverter a acidez desenvolvida por estes microrganismos responsáveis por degradar a lactose gerando ácido láctico.

Faz-se oportuno, que devido ao grau de importância do leite para a alimentação e as recorrentes fraudes de neutralizantes de acidez ocasionadas pelas indústrias lácteas, seja verificado a influência dos teores mínimos obtidos por Santos (2019) para neutralizantes de acidez e as sua capacidade de detecção, como hidróxido de sódio e bicarbonato de sódio, visto que, a ocorrência frequente destas fraudes oculta a acidez desenvolvida, tornando o leite impróprio para o consumo e fora das especificações conforme a legislação (SILVA *et al.*, 2010).

2 REFERENCIAL TEÓRICO

2.1 Composição e propriedades do leite

A qualidade do leite é inicialmente definida por parâmetros de composição química, características físico-químicas e higiene, a presença e os teores de nutrientes como proteínas, gordura, lactose, sais minerais e vitaminas determinam a qualidade da composição que estão diretamente ligadas e influenciadas pela alimentação, manejo, genética e raça do animal. Nos testes realizados para avaliar a sua qualidade, são avaliadas as características físico-químicas e sensoriais como sabor, odor, contagem de bactérias, ausência de microrganismos patogênicos, contagem de células somáticas, ausência de conservantes, neutralizantes químicos, resíduos de pesticidas, antibióticos e outras drogas (BRITO; BRITO, 2001).

Do ponto de vista químico, o leite é considerado uma dispersão coloidal chamada de emulsão, pois é uma mistura homogênea a olho nu e a nível microscópico uma mistura heterogênea com a presença de gotículas de gorduras dispersas em solução aquosa. É uma solução branca produzida por mamíferos através das glândulas mamárias das fêmeas. Seus principais componentes estão apresentados na Tabela 01, sua composição pode apresentar desvios e sofrer variações devido fatores como a espécie do animal, raça, alimentação, doenças, fraudes e adulterações (PAULA; CARDOSO; RANGEL, 2010).

Tabela 01 – Composição média do leite de vaca.

Constituinte	Teor %
Água	87%
Lactose	4,7 a 5,2 %
Gordura	3,5 a 5,3 %
Proteínas	3 a 4 %
Vitaminas e Sais Minerais	0,8 a 1%

Fonte: EMBRAPA, 2019

A água está em maior quantidade e é o mais importante constituinte do leite, no qual é responsável por dissolver, dispersar ou emulsificar os demais componentes presentes. O principal carboidrato presente no leite é a lactose, esta é responsável por controlar a quantidade de leite

produzido pelas glândulas mamárias, atraindo a água presente no sangue para equilibrar a pressão osmótica, além da lactose encontra-se também em menores quantidades carboidratos como a glicose e a galactose (EMBRAPA, 2019).

De acordo com a EMBRAPA (2019), a gordura está representada na forma de pequenos glóbulos suspensos na fase aquosa, sua maior parte é constituída de triglicerídeos formados por ácidos graxos ligados ao glicerol. Conforme a Tabela 01, a gordura é o constituinte que mais sofre variações, pois está ligada às condições como alimentação, raça, estação do ano e período de gestação em que o animal se encontra durante o período de coleta de leite.

Nesse sentido, a quantidade de proteínas presente no leite está diretamente relacionada à quantidade de gordura, ou seja, quanto maior a porcentagem de gordura no leite, maior será a de proteína. A associação entre os sais e as proteínas do leite é determinante para que as caseínas, que é a principal proteína do leite, esteja estável em diferentes agentes desnaturados.

O leite por ser uma importante fonte de vitaminas como A, B, E e K e de sais minerais como cálcio e fósforo, estes possuem uma alta disponibilidade em sua composição, é um alimento fundamental e muito recomendado pelos especialistas em nutrição para o crescimento, fortalecimento e manutenção dos ossos, além disso, é um alimento introduzido culturalmente na dieta humana.

2.2 Qualidade e Legislação Brasileira

O aumento da produção de produtos de origem animal (POA) desencadeou o crescimento dos órgãos fiscalizadores nas ações de inspeções, através de vistorias periódicas ou por denúncias que os estabelecimentos recebem. Sob essa ótica, se forem encontradas irregularidades de que não estão sendo cumpridas leis, decretos e/ou legislações exigidos por estes órgãos fiscalizadores, a empresa poderá ser autuada conforme o grau da irregularidade por meio de sanções como multas ou até mesmo o fechamento do estabelecimento.

Partindo deste pressuposto, para a garantia de um alimento seguro ao consumidor final, o RIISPOA é responsável por regulamentar toda a inspeção industrial e sanitária das indústrias que produzem os POAs, estabelecendo definições e parâmetros para instrumentar a atividade de fiscalização nos estabelecimentos, condizentes com os padrões de higiene, identidade e qualidade.

Estas ações devem ser aplicadas e monitoradas em toda cadeia produtiva, sob o ponto de vista industrial e sanitário.

Nessa perspectiva, com a finalidade de garantir a segurança e procedência do alimento, órgãos públicos de diferentes instâncias, realizam periodicamente inspeções conforme regulamentado no RIISPOA nas indústrias que produzem os POA e que desejam obter os selos de inspeção conforme Tabela 02. Com a obtenção destes selos o produtor tem permissão legal para a comercialização e o fabricante se compromete a garantir o padrão de qualidade e a segurança do consumidor.

Tabela 02 – Especificações dos selos de homologação de qualidade

SELO SIM Serviço de Inspeção Municipal		Associado à Secretaria Municipal de Agricultura. Comercializados apenas no município em que foi produzido.
SELO SIE Serviço de Inspeção Estadual		Associado ao Serviço de Inspeção Estadual. Comercializados apenas no estado em que foi produzido
SELO SIF Serviço de Inspeção Federal		Associado ao MAPA. Inspecionado pela Inspeção de produtos de Origem Animal (DIPOA). Comercializados em território nacional e podem ser exportados.

Fonte: Adaptado do decreto nº 10.468, RIISPOA de 18 de agosto de 2020.

Ao adquirir estes selos o produtor estará garantindo que os produtos comercializados são apropriados aos consumidores, ou seja, estes funcionam como uma marcação que garante que este foi inspecionado e previnem a veiculação de doenças transmitidas por alimentos (DTAS), como intoxicações, parasitoses, doenças sistêmicas (tuberculose, neurocisticercose e toxoplasmose), etc. (IMPORTÂNCIA DO CONSUMO DE ALIMENTOS INSPECIONADOS, 2020).

Nessa perspectiva, a atuação do Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento (MAPA) em indústrias de alimentos tem como finalidade realizar a inspeção industrial e sanitária de produtos de origem animal (IISPOA), esta fiscalização é consolidada através de um conjunto de normas e procedimentos já estabelecidos que as indústrias devem seguir para que produzam alimentos livre de riscos e/ou perigos higiênicos-sanitários, mantendo a qualidade comercial e tecnológica. (COSTA *et al.*, 2015)

Em novembro de 2018, com a finalidade de simplificar o atendimento sobre as prazos e exigências estabelecidos nas INs anteriores, o MAPA instituiu as novas INs nº 76/2018 e 77/2018, que estabelecem os padrões de identidade e qualidade do leite cru refrigerado, leite pasteurizado e leite pasteurizado tipo A, desde o início, quando o leite é coletado na ordenha até a etapa final do produto. Portanto, a IN 76 trata das regras técnicas para as características e a qualidade do produto na indústria, enquanto a IN 77 define formas de se adquirir leite com qualidade e segurança para o consumidor, dessa maneira ambas instruções normativas visam melhorar a qualidade do leite e propiciar benefícios para o produtor e consumidor.

As INs se referem a composição da propriedade de equipamentos, instalações e qualificação do profissional responsável pelo trabalho operacional, que necessitam de treinamentos para a sua capacitação. Nesse sentido, após sua publicação, os produtores de leite tiveram até maio de 2019 (180 dias após sua publicação) para se adequar aos novos critérios exigidos, dessa maneira, os produtores terão maior controle na obtenção de leite a partir das ferramentas de gestão de qualidade que serão aplicadas na propriedade, incluindo manejo sanitário, refrigeração, estocagem e expedição (REVISTA LEITE INTEGRAL, 2019).

De acordo com a IN 76 (BRASIL, 2018), pode-se classificar o leite em cru refrigerado, leite pasteurizado e leite pasteurizado tipo A. Estas classificações determinadas pelo Ministério da Agricultura, são relacionadas diretamente quanto ao grau de higiene na ordenha, no resfriamento, no condicionamento e no transporte do leite (MAGRI, 2015). Nesse sentido a classificação do leite difere-se de acordo com a Tabela 03.

Tabela 03 – Especificações do leite tipo A, cru refrigerado e pasteurizado

TIPOS DE LEITE	ESPECIFICAÇÕES
Leite cru refrigerado	1. Leite produzido em propriedades rurais, refrigerado e destinado aos estabelecimentos de leite e derivados; 2. Recebimento do leite no estabelecimento deverá estar entre 7°C a 9°C; 3. Conservação e expedição no posto de conservação deve ser de 4°C; 4. Anteriormente á pasteurização, o leite deve ser mantido á 4°C; 5. Teor de gordura $\geq 3\%$; 6. Densidade relativa a 15/15°C entre 1,028 a 1,034; 7. Acidez titulável entre 0,14 a 0,18 sob ácido láctico; 8. Proteínas $\geq 2,9\%$;
Leite pasteurizado	1. Leite fluido elaborado a partir do leite cru refrigerado, submetido ao processo de pasteurização, envasado automaticamente em circuito fechado e destinado a consumo humano; 2. Refrigeração de no máximo 4° C após a pasteurização; 3. Após a pasteurização pode ser denominado para comercialização como: • Leite pasteurizado integral. • Leite pasteurizado semidesnatado. • Leite pasteurizado desnatado.
Leite pasteurizado tipo A	1. Leite fluido, produzido beneficadamente e envasado exclusivamente em Granja leiteira, submetido ao processo de pasteurização e destinado ao consumo humano; 2. Refrigeração de no máximo 4° C após a pasteurização; 3. Após a pasteurização pode ser denominado para comercialização como: • Leite pasteurizado tipo A integral. • Leite pasteurizado tipo A semidesnatado. • Leite pasteurizado tipo A desnatado.

Fonte: Adaptado da IN 76 de 26 de novembro de 2018.

2.3 Fraudes por neutralizantes de acidez

Uma das medidas mais utilizadas no controle de qualidade das matérias-primas nas indústrias leiteiras é a determinação da acidez do leite, esta pode ser apresentada em graus Dornic (°D) ou em porcentagem de ácido láctico. O leite cru não apresenta ácidos, porém através da técnica de titulação manifesta-se níveis de acidez, isso indica que a substância titulante combinadas com algumas substâncias do titulado (leite) apresentará uma acidez titulável (EMBRAPA, 2019).

Parâmetros fora do estabelecido, são indicativos de que o leite está com a qualidade baixa ou que pode ter sofrido falhas higiênicas no processo. Abrantes, Campêlo e Silva (2014) afirmam que inicialmente as adulterações no leite buscavam o aumento do volume, através da adição de água e desnate para a produção de creme de leite, logo após, surgiram novos tipos de fraudes, como a adição de soro de queijo, de conservantes (peróxido de hidrogênio), neutralizantes (hidróxido de sódio, bicarbonato de sódio) e reconstituintes de densidade e crioscopia (sal, açúcar, amido).

A partir deste contexto, independente da fraude utilizada, o objetivo é sempre aumentar a lucratividade, seja por aumentar o volume do leite, mascarar sua acidez ou conservar, ou até mesmo a utilização de todas estas fraudes ao mesmo tempo. Nessa perspectiva, dentre as fraudes citadas uma das mais recorrentes nas indústrias lácteas é a fraude por neutralizantes de acidez.

Dessa forma, substâncias neutralizantes são adicionadas ao meio para camuflar o aumento da acidez desenvolvida por microrganismos mesófilos desenvolvido devido o mal armazenamento, estes são responsáveis por ocasionar a coagulação do leite (TRONCO, 2008). Com este processo de deterioração, os microrganismos degradam a lactose e produzem o ácido láctico, este é responsável por diminuir o pH do leite, que em condições normais varia de 6,4 a 6,8.

Assim, percebe-se que a utilização de neutralizantes como bicarbonato de sódio e hidróxido de sódio possuem efeito na alteração do pH, neutralizando-o e favorecendo novamente o aumento da população microbiana, determinando além de um leite de menor qualidade, um leite fraudulento (FRANCO, LANGDRAF, 2008).

É nesse cenário que Freitas Filho *et al.* (2009) analisou os parâmetros de acidez em 15 amostras de leite por meio de titulação de graus Dornic. Desse modo, constatou que 4 amostras analisadas apresentavam valores inferiores ao mínimo aceitável (0,14%), para o nível de acidez e duas acima do máximo exigido (0,18%).

No estudo realizado por Rosa – Campos (2011), em 4 amostras entre oito marcas selecionadas no mercado para serem analisadas, havia resíduos de hidróxido de sódio nas suas composições.

De acordo com Da Silva (2013), a adição de NaOH no leite nas concentrações de 0,01; 0,025 e 0,05% alterou as médias obtidas para acidez de 17° D no controle negativo para 16° D, 13° D e 10° D. No entanto, somente se constatou a presença do hidróxido de sódio através da provas específicas para neutralizantes a partir da concentração de 0,01% (BRASIL, 2006).

Ao analisar amostras de leite cru adulteradas com bicarbonato de sódio (0,05; 0,10 e 0,25%) Cassoli *et al.* (2011) através do método de infravermelho com transformada de Fourier (IVTF) apresentou o LD para esta substância a partir de 0,05%.

Wanderley *et al.* (2013) avaliaram métodos analíticos oficiais e a detecção de lipídios, extrato seco desengordurado, acidez titulável, densidade relativa a 15°C e crioscopia. De acordo com os autores, as análises oficiais não foram eficazes para a detecção de irregulares no leite, mesmo que em outras provas os resultados estejam dentro dos parâmetros exigidos pela legislação, tornando-se necessária a realização de análises complementares de substâncias neutralizantes de acidez, conservantes e reconstituintes, a fim de evitar que seja comercializado e consumido um leite impróprio.

3 METODOLOGIA

3.1 Preparação das amostras do hidróxido de sódio para avaliação do LD em diferentes condições de acidez.

Para a avaliação dos efeitos da variação da acidez, a análise foi realizada conforme o LD já avaliado por Santos (2019), nos testes oficiais em que o autor demonstrou que a concentração mínima para a detecção do hidróxido de sódio no leite é a partir de 0,02% (p/v).

A partir deste pressuposto, para avaliar a capacidade do teste oficial em detectar diferentes concentrações de hidróxido de sódio em amostras de leite sob diferentes condições de acidez, foi executado três repetições, e para cada fez-se triplicatas. Cada análise utilizou 2,0 litros de leite cru, livre de substâncias estranhas e dentro dos parâmetros exigidos pela legislação (BRASIL, 2018).

Posteriormente as amostras foram homogeneizadas e divididas em 11 alíquotas de 100 mL cada e colocadas em frascos de balão volumétrico, limpos e livres de resíduos.

Para iniciar o preparo das alíquotas 2 à 11, foi avaliado a alíquota 1 (leite cru) em relação à acidez que devem estar entre 0,14 a 0,16% sob ácido láctico e posteriormente a realização do teste de hidróxido de sódio, em que o resultado apresentou negativo para a presença deste contaminante.

Após esta verificação, cada alíquota foi preparada em diferentes concentrações de hidróxido de sódio e elevações de acidez conforme descrito na Tabela 04.

Tabela 04 – Preparo das amostras testadas em relação ao efeito da adição do hidróxido de sódio no leite

Amostra	Volume de leite mL	Adição de NaOH 0,02%	Adição de NaOH 0,03%	Acidez Alterada para 0,18%	Acidez Alterada para 0,20%	Acidez Alterada para 0,22%
1	100	-	-	-	-	-
2	100	+	-	-	-	-
3	100	-	-	+	-	-
4	100	+	-	+	-	-
5	100	-	-	-	+	-
6	100	+	-	-	+	-
7	100	-	-	-	-	+
8	100	+	-	-	-	+
9	100	-	+	+	-	-
10	100	-	+	-	+	-
11	100	-	+	-	-	+

(+) = Adição do neutralizante e/ou alteração da acidez (-) = Ausência do neutralizante e/ou alteração da acidez

Fonte: Autoria própria.

Na Tabela 04 estão demonstradas a preparação das alíquotas utilizadas para as análises da detecção do hidróxido de sódio. Foram adicionados NaOH, nas alíquotas 2, 4, 6 e 8 na concentração de 0,02% e nas alíquotas 9, 10 e 11 na concentração de 0,03%. Além disso, foram realizadas alterações de acidez com a solução de ácido láctico nas alíquotas 3, 4 e 9 para 0,18%, as alíquotas 5, 6 e 10 para 0,20% e as alíquotas 7, 8 e 11 para 0,22%.

3.2 Preparação das amostras do bicarbonato de sódio para avaliação do LD em diferentes condições de acidez.

Para a avaliação dos efeitos da variação da acidez na presença do bicarbonato de sódio, a análise foi realizada conforme o LD já avaliado por Santos (2019), nos testes oficiais em que o

autor demonstrou que a concentração mínima para a detecção do bicarbonato de sódio no leite é a partir de 0,05% (p/v).

A partir deste pressuposto, para avaliar a capacidade do teste oficial em detectar diferentes concentrações de bicarbonato de sódio em amostras de leite sob diferentes condições de acidez, foi executado três repetições, e para cada repetição fez-se triplicatas. Cada análise utilizou 2,0 litros de leite cru, livre de substâncias estranhas e dentro dos parâmetros exigidos pela legislação (BRASIL, 2018). Assim como na análise mencionada no tópico anterior, posteriormente as amostras foram homogeneizadas e divididas em 11 alíquotas de 100 mL cada e colocadas em frascos de balão volumétrico, limpos e livres de resíduos.

Para iniciar o preparo das alíquotas 2 à 11, foi avaliado a alíquota 1 (leite cru) em relação à acidez que devem estar entre 0,14 à 0,16% sob ácido láctico e posteriormente a realização do teste de bicarbonato de sódio, em que o resultado apresentou negativo para a presença deste contaminante.

Após esta verificação, cada alíquota foi preparada em concentrações diferentes de bicarbonato de sódio e elevações de acidez conforme descrito na Tabela 05.

Tabela 05 – Preparo das amostras testadas em relação ao efeito da adição do bicarbonato de sódio no leite

Amostra	Volume de leite ml	Adição de NaHCO ₃ 0,05%	Adição de NaHCO ₃ 0,06%	Acidez Alterada para 0,18%	Acidez Alterada para 0,20%	Acidez Alterada para 0,22%
1	100	-	-	-	-	-
2	100	+	-	-	-	-
3	100	-	-	+	-	-
4	100	+	-	+	-	-
5	100	-	-	-	+	-
6	100	+	-	-	+	-
7	100	-	-	-	-	+
8	100	+	-	-	-	+
9	100	-	+	+	-	-
10	100	-	+	-	+	-
11	100	-	+	-	-	+

(+) = Adição do neutralizante e/ou alteração da acidez (-) = Ausência do neutralizante e/ou alteração da acidez

Fonte: Autoria própria.

Na Tabela 05 estão demonstradas a preparação das alíquotas utilizadas para as análises da detecção do bicarbonato de sódio. Foram adicionados NaHCO₃, nas alíquotas 2, 4, 6 e 8 na

concentração de 0,05% e nas alíquotas 9, 10 e 11 na concentração de 0,06%. Além disso, foram realizadas alterações de acidez com a solução de ácido láctico nas alíquotas 3, 4 e 9 para 0,18%, as alíquotas 5, 6 e 10 para 0,20% e as alíquotas 7, 8 e 11 para 0,22% sob ácido láctico.

3.3 Teste qualitativo para detectar a presença do hidróxido de sódio nas amostras.

Para a realização do teste de detecção de NaOH em cada amostra de leite, transferiu-se 5,0 mL do leite de cada alíquota descrita na Tabela 04 para um tubo de ensaio e posteriormente adicionou-se 4 gotas de azul de bromotimol. Resultado positivo a amostra apresentará coloração esverdeada e resultado negativo coloração amarela (BRASIL, 2006).

3.4 Teste qualitativo para detectar a presença do bicarbonato de sódio nas amostras.

Para a realização do teste de detecção de NaHCO_3 em cada amostra de leite, transferiu-se 5,0 mL do leite de cada alíquota descrita na Tabela 05 para um tubo de ensaio e posteriormente adicionou-se 10 mL de álcool absoluto e 6 gotas de ácido rosólico a 2%. Resultado positivo a amostra apresentará coloração vermelha-carmim (BRASIL, 2006).

3.5 Teste de Acidez.

A acidez indica o estado de conservação do leite, visto que ela tende a aumentar à medida que o leite envelhece. Uma acidez elevada é o resultado da fermentação da lactose provocada por microrganismos em multiplicação no leite. A acidez normal do leite varia de 0,14 a 0,18% (p/v) em ácido láctico.

O presente teste foi realizado para constatar a alteração da acidez intencionalmente através da adição do ácido láctico nas amostras selecionadas. Dessa maneira, foi realizado a elevação da acidez nas amostras 3, 4 e 9 para 0,18%, amostras 5, 6 e 10 para 0,20% e por fim as amostras 7, 8 e 11 para 0,22%, para as análises de hidróxido de sódio e bicarbonato de sódio.

Para a preparação da solução de ácido láctico, acrescentou-se 5,9 mL de ácido láctico a 85% em um balão volumétrico de 50 mL. Para a realização do método de avaliação da acidez das amostras de leite, adicionou-se em um erlemeyer 10 mL de leite e 4 gotas da solução de

fenolftaleína a 1%, em seguida titulou-se com a solução de NaOH 0,1 mol/L até o aparecimento da coloração rósea persistente por aproximadamente 30 segundos (BRASIL, 2006).

3.6 Avaliação dos resultados.

Os resultados foram avaliados conforme o disposto da IN 68, de 12 de dezembro de 2006 (BRASIL, 2006) e comparados com os LDs já encontrados no trabalho de Santos (2019), Wanderley *et al.* (2013), Da silva (2013), Cassoli *et al.* (2011) e os demais trabalhos que avaliaram os métodos qualitativos oficiais de análises de redutores de acidez em leite.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Define-se como limite de detecção a menor concentração do analito detectado em uma amostra, mas não, necessariamente quantificada sob as condições declaradas no teste, ou seja, o limite de detecção é a mais baixa concentração de analito que pode ser detectado de maneira confiável e distinta de zero, porém não obrigatoriamente quantificado na concentração em que um valor medido for maior que incerteza associada a ele (NATIONAL ASSOCIATION OF TESTING AUTHORITIES –NATA, 1997). Nessa perspectiva, o LD para procedimentos analíticos poderá variar em função do tipo de amostra, dessa maneira, é imprescindível de que todas as etapas do processamento do método analítico sejam incluídas na determinação deste LD (INMETRO, 2020).

Após a adição experimental de substâncias neutralizantes no leite em determinadas condições de acidez e a execução de procedimentos analíticos para a verificação da sensibilidade da metodologia estabelecida pela IN 68, é possível observar os resultados obtidos para as análises realizadas do hidróxido de sódio na tabela 06.

Tabela 06 – Alterações das amostras observadas através da análise oficial após a adição da concentração mínima detectável do NaOH.

Amostra	Concentração adicionada de NaOH	Acidez Inicial	Resultado
1	-	0,14%	-
2	0,02%	0,14%	+
3	-	0,18%	-
4	0,02%	0,18%	-
5		0,20%	-
6	0,02%	0,20%	-
7	-	0,22%	-
8	0,02%	0,22%	-
9	0,03%	0,18%	+
10	0,03%	0,20%	+
11	0,03%	0,22%	-

Fonte: Autoria própria.

Da Silva (2013) em sua pesquisa, fraudou amostras nas concentrações de 0,01; 0,025 e 0,05%, no entanto a presença do hidróxido de sódio somente foi detectada a partir da concentração de 0,1%. O autor enfatiza ainda que o método foi eficaz ao detectar a substância mesmo após 48 horas de refrigeração.

No leite, a utilização do NaOH como sustância fraudulenta, pode promover a saponificação do leite, corrompendo a segurança do alimento, além de que se forem utilizadas em concentrações elevadas poderá provocar a corrosão dos tecidos humanos e comprometendo a saúde do consumidor. (DA SILVA, 2013).

Santos (2019), constatou em sua pesquisa que o LD de NaOH no leite é de 0,02%, nessa perspectiva, para a realização da presente pesquisa, partiu-se desta premissa para a realização das fraudes subsequentes das alíquotas demonstradas. Nesse sentido, conforme demonstrado na Tabela 06, a alíquota 1 (leite cru inalterado) com a acidez inicial de 0,14% apresentou teste negativo para a presença de NaOH, subsequente a alíquota 2 após a realização da adição de NaOH na

concentração de 0,02% apresentou positivo para o teste, validando desta maneira a pesquisa do referido autor.

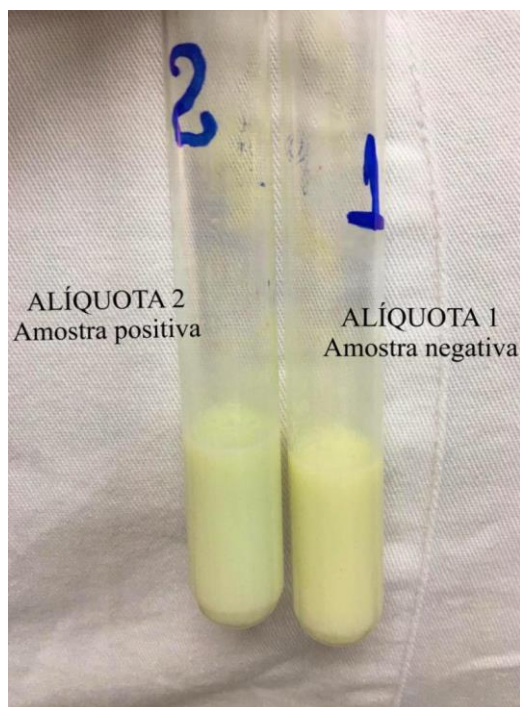
A partir das análises realizadas na presente pesquisa, foi possível constatar que a metodologia não foi eficaz para detectar a presença fraudulenta do neutralizante na concentração de 0,02% nas amostras com 4, 6 e 8 que foram testadas sob condições de acidez inicial 0,18; 0,20 e 0,22% que são valores de acidez acima do permitido, pois a partir da adição do hidróxido de sódio, os valores de acidez reduziram e voltaram a ficar dentro do parâmetro estabelecido pela IN 76 (2018) que é de 0,14%.

De modo adverso, nas amostras fraudadas com o hidróxido de sódio na concentração de 0,03%, apenas as alíquotas 9 e 10 com a acidez respectiva de 0,18 e 0,20% apresentaram positivo para a presença do NaOH, porém não foi eficaz para a detecção da amostra 11 com a acidez de 0,22%.

Mediante os dados expostos, nota-se o NaOH somente é detectado no leite em maiores níveis de concentração dependendo do nível inicial de acidez do meio, isso deve-se ao fato de que, quando aumenta-se os níveis de acidez e a concentração permanece em 0,02%, toda amostra é neutralizada, tornando-se alcalina. Desse modo, para que o método volte a detectar a presença do NaOH, será necessário acrescentar uma maior concentração da substância ao meio para que haja uma neutralização parcial da amostra, ou seja, a medida que a acidez do leite se eleva o LD poderá variar.

É possível notar a detecção da presença do NaOH na alíquota 2, conforme a Figura 01, em que o leite presente no tubo de ensaio expõe a coloração esverdeada conforme a metodologia da IN 68 (BRASIL, 2006).

Figura 01– Análise para o teste da presença de hidróxido de sódio.



Fonte: Autoria própria.

De modo geral, o objetivo da adição de hidróxido de sódio no leite é de mascarar os efeitos do aumento da acidez Dornic, contudo, o método não é capaz de constatar a concentração real do ácido láctico, mas sim da acidez titulável, que pode ser modificada com a adição de substâncias neutralizantes como hidróxido de sódio e bicarbonato, que são compostos utilizados nesta pesquisa (MILAGRES, 2008).

Estes parâmetros de resultados também podem ser observados nos resultados obtidos com o bicarbonato de sódio, como demonstra a Tabela 07.

Tabela 07 - Alterações das amostras observadas através da análise oficial após a adição da concentração mínima detectável do NaHCO_3 .

Amostra	Concentração adicionada de NaHCO_3	Acidez Inicial	Resultado
1	-	0,14%	-
2	0,05%	0,14%	+
3	-	0,18%	-
4	0,05%	0,18%	-
5		0,20%	-
6	0,05%	0,20%	-
7	-	0,22%	-
8	0,05%	0,22%	-
9	0,06%	0,18%	+
10	0,06%	0,20%	+
11	0,06%	0,22%	-

Fonte: Autoria própria.

Cassoli *et al.* (2011), testou a sensibilidade do método de espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier em amostras de leite cru adulteradas com bicarbonato de sódio nas concentrações de 0,05; 0,10 e 0,25%, neste estudo foi constatado que o LD para o bicarbonato de sódio é de 0,05%.

Wanderley *et al.* (2013) realizou análises com amostras adulteradas com bicarbonato de sódio e observou que estes apresentaram o LD há 0,06% de concentração, além disso, estas amostras adulteradas evidenciaram uma redução do ponto de congelamento e diminuição da acidez titulável.

Na presente pesquisa a adição de bicarbonato no leite para avaliar a sensibilidade do método é experimentalmente testada na concentração de 0,05% nas amostras de leite, visto que foi o valor mínimo detectado em amostras de leite adulteradas no trabalho de Cassoli *et al.* (2011) e Santos (2019).

A alíquota 1 (leite cru inalterado) com a acidez inicial de 0,14% apresentou teste negativo para a presença de NaHCO_3 e subsequente a alíquota 2 após a realização da adição de NaHCO_3 na concentração de 0,05% apresentou positivo para o teste, validando desta maneira a pesquisa de Cassoli *et al.* (2011) e Santos (2019).

A metodologia também não foi eficaz para detectar a presença fraudulenta do bicarbonato de sódio na concentração de 0,02% nas amostras com 4, 6 e 8 que foram testadas sob condições de acidez inicial 0,18; 0,20 e 0,22% que são valores de acidez acima do permitido, isso deve-se ao fato de que a partir da adição do neutralizante, os valores de acidez reduziram e voltaram a ficar dentro do parâmetro estabelecido pela IN 76 (BRASIL, 2018).

De modo adverso, nas amostras fraudadas com o bicarbonato de sódio na concentração de 0,06%, apenas as alíquotas 9 e 10 com a acidez respectiva de 0,18 e 0,20% apresentaram positivo para a presença do NaHCO_3 , porém não foi eficaz para a detecção da amostra 11 com a acidez de 0,22%.

Diante dos resultados obtidos, nota-se o padrão de resultados para NaHCO_3 equivalente aos resultados obtidos do NaOH , conforme visto que somente é detectado o neutralizante no leite em maiores níveis de concentração, isso deve-se ao fato de que, quando aumenta-se os níveis de acidez e a concentração permanece menor, toda amostra é neutralizada, tornando-se alcalina. Desse modo, para que o método volte a detectar a presença do neutralizante, será necessário acrescentar uma maior concentração da substância no meio para que haja uma neutralização parcial da amostra, ou seja, a medida que a acidez do leite se eleva o LD poderá variar.

É possível notar a detecção da presença do NaHCO_3 na alíquota 2, conforme a Figura 02, em que o leite presente no tubo de ensaio expõe a coloração vermelha-carmim conforme metodologia da IN 68 (BRASIL, 2006).

Figura 02 – Análise para o teste da presença de bicarbonato de sódio.



Fonte: Autoria própria.

Os resultados obtidos para ambas as análises demonstram que as fraudes por adição de neutralizantes, quando realizadas em concentrações mínimas de detecção no leite sob uma acidez capaz de realizar a neutralização total da amostra, podem não ser detectável pelas provas determinadas pela legislação, ou seja, a medida que a acidez do leite se eleva o LD é alterado a uma concentração superior.

Baseando-se neste estudo, caso o leite com a acidez inicial acima do parâmetro seja fraudado com a concentração inferior ao LD da acidez determinada, o método não seria eficaz para detectar tal fraude e o leite seria liberado para o processamento e consumo.

É nesse cenário que Rosa – Campos (2011), avaliou 72 amostras de 8 marcas de leite disponíveis no Distrito Federal, em sua análise 4 marcas apresentaram teste positivo para a presença de bicarbonato de sódio. De modo similar, Wanderley *et al.* (2013), avaliou marcas de leite pasteurizado e leite UAT no comércio varejista do estado do Rio de Janeiro, nesta pesquisa constatou-se que todas as amostras de leite UAT testaram negativo para substâncias alcalinas, em contrapartida, o leite pasteurizado 53,3% apresentaram positivo para estas substâncias.

Este fato reforça a necessidade de trabalhos de pesquisas que avaliem as metodologias oficiais de análises e seus LD, visto que estas provas de detecção não são exatas, o que corrobora para que várias fraudes passem despercebidas nas análises e o leite fraudado acabe sendo comercializado, lesando o consumidor financeiramente e podendo até ocasionar riscos à saúde.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

O leite é um alimento essencial para a dieta do ser humano, sua ingestão nas diferentes fases da vida fornece nutrientes responsáveis por garantir o crescimento e o desenvolvimento orgânico e funcional, visto que é rico em gorduras, vitaminas e minerais. Dessa maneira, a constatação da qualidade do leite através de análises físico-químicas e microbiológicas torna-se indispensável nesta classificação.

A fraude em alimentos como o leite está em constante preocupação na perspectiva de segurança dos alimentos pelas autoridades públicas, diante desta problemática, a fraude mais comum neste alimento é a alteração intencional da sua composição, seja pela adição ou remoção de substâncias químicas próprias ou distintas da sua composição. Nesse sentido, é imprescindível que sejam reforçadas medidas de controles e verificações para minimizar estas ocorrências de fraudes, visto que a presença de adulterantes químicos, podem ocasionar prejuízos econômicos e a saúde dos consumidores.

Vinculada a essa concepção, a presente pesquisa teve como objetivo avaliar a metodologia presente na IN 68 (2006), referente as substâncias químicas hidróxido de sódio e bicarbonato de sódio responsáveis por diminuir a acidez elevada resultante da multiplicação de microrganismos no leite a níveis aceitáveis.

Dado os resultados obtidos, nota-se que a metodologia não é eficaz a medida em que a concentração das substâncias é totalmente neutralizada pelos níveis de acidez elevados, demonstrando que na medida que aumentar a acidez do leite o LD poderá variar, ou seja, se o leite contiver uma acidez bastante elevada, será necessário utilizar uma maior quantidade de hidróxido de sódio ou bicarbonato de sódio para que ocorra a neutralização parcial e sobre resíduo do neutralizante ao meio para que a metodologia volte a detectar.

Levando-se em conta estes aspectos, a necessidade de pesquisas que validam as metodologias tem crescido, mostrando-se indispensáveis para avaliar a garantia de que o método é adequado ao que se propõe, sendo capaz de identificar ou quantificar a substância para uma faixa específica, diminuindo desta forma a comercialização de alimentos fraudados.

REFERÊNCIAS

ABRANTES, M. R.; CAMPÊLO, C. S.; SILVA, J. B. A. Fraude em leite: métodos de detecção e implicações para o consumidor. **Revista do Instituto Adolfo Lutz**, [S.L.], p. 244-251, 2014.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº51, de 18 de setembro de 2002. **Regulamentos Técnicos de Produção, Identidade, Qualidade, Coleta e Transporte de Leite**, Brasília: p. 48, 2002 b.

BRASIL, Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa Nº 68, de 12 de dezembro de 2006. **Métodos analíticos oficiais físico-químicos para controle de leite e Produtos lácteos**. Departamento de Inspeção de Produto de Origem Animal. Brasília-DF. 2006.

BRASIL. Instrução normativa nº 76 de 29 de novembro de 2018. Regulamento que fixa a identidade e as características de qualidade que devem apresentar o leite cru refrigerado, leite pasteurizado e o leite pasteurizado tipo A. **Diário Oficial da União**, Brasília, 29 nov. 2018.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA). Resolução da diretoria colegiada- RDC nº 24, de 08 de junho de 2015, dispõe sobre Recolhimento de Alimentos e sua Comunicação à Anvisa e aos consumidores. **Diário Oficial da União**, Poder Executivo, Brasília, DF.2015

BRASIL. Decreto nº 10.468, de 18 de agosto de 2020. Altera o Decreto nº 9.013, de 29 de março de 2017, que regulamenta a Lei nº 1.283, de 18 de dezembro de 1950, e a Lei nº 7.889, de 23 de novembro de 1989, que dispõem sobre o regulamento da inspeção industrial e sanitária de produtos de origem animal.. Decreto Nº 10.468, de 18 de Agosto de 2020. Brasília, **Diário Oficial da União**, 18 ago. 2020. n. 159, Seção 1.

BRITO, M. A. V.; BRITO, J. R. F. Qualidade do leite. In: MADALENA, Fernando Enrique; MATOS, Leovegildo Lopes de; HOLANDA JÚNIOR, Evandro Vasconcelos. **Produção de Leite e Sociedade**: uma análise crítica da cadeia do leite no brasil. Belo Horizonte: Fepmvz, 2001. Cap. 3. p. 61-74.

CASSOLI, L. D.; SARTORI, B.; ZAMPAR, A.; MACHADO, P. F. Anassessment of FourierTransform Infrared spectroscopy to identify adulterated raw milk in Brazil. **International Journal of Dairy Technology**, v. 64, n. 4, p. 480-485, 2011.

COSTA, B.S; CIRÍACO, N.M.; SANTOS, W.L.M.S; SANTOS, T.M.S.; ORNELLAS, C.B.D. História e evolução da inspeção industrial e sanitária de produtos de origem animal. In: MINAS GERAIS. CONSELHO REGIONAL DE MEDICINA VETERINÁRIA - CRMV. **Cadernos técnicos de Veterinária e Zootecnia**: inspeção de produtos de origem animal. 77. ed. Minas Gerais: Fepmvz Editora, 2015. Cap. 1. p. 11-31.

DA SILVA, L. C. C. **Capacidade de detecção de adulterações e suficiência das provas oficiais para assegurar a qualidade do leite pasteurizado**. 2013. Tese (doutorado em Ciência Animal) Universidade Estadual de Londrina, Londrina-PR. 2013.

DIAZ, B. M. Z. **Segurança Alimentar na cadeia do leite:: uma análise comparativa entre a França e o Brasil**. 2011. 132 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Administração, Universidade Federal de Lavras, Lavras, 2011. 21

EMBRAPA, Criação de Gado Leiteiro na Zona Bragantina. **Qualidade do leite**. 2019.

EMBRAPA, **Acidez Titulável**. 2019

FRANCO, B. D. D. M.; LANDGRAF, M. **Microbiologia dos alimentos**. São Paulo: Atheneu, 2008. 182p.

FREITAS FILHO, J. R.; FILHO, J. S. S.; GONÇALVES, T. M.; SOUZA, J. J. F.; SILVA, A. H. I.; OLIVEIRA, H. B.; BEZERRA, J. D. C. Caracterização físico-química e microbiológica do leite “in natura” comercializado informalmente no município de Garanhuns –PE. **Revista Brasileira de Tecnologia Agroindustrial**, v. 03, n. 02, p. 38-46, 2009.

IMPORTÂNCIA DO CONSUMO DE ALIMENTOS INSPECIONADOS: O esforço é para que a população consuma apenas produtos com selo de qualidade. **Jornal de Beltrão**. Sudoeste do Paraná, 24 jan. 2020. Disponível em: <https://www.jornalbeltrao.com.br/noticia/293029/importancia-do-consumo-de-alimentos-inspecionados>. Acesso em: 24 maio 2021

INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, QUALIDADE E TECNOLOGIA. Comissão Técnica de Química CT05. **Orientação sobre validação de métodos analíticos**: documento de caráter orientativo: DOQ- CGCRE-008: revisão 09. Brasília, DF, Junho/2020. 30 p.

INSTRUÇÕES NORMATIVA Nº 76 E 77 ENTRAM EM VIGOR EM MAIO. Brasil: **Revista Leite Integral**, 11 mar. 2019. Disponível em: <https://www.revistaleiteintegral.com.br/noticia/producao-de-leite-tem-novas-regras-de-qualidade>. Acesso em: 28 mar. 2021.

INTERNATIONAL UNION OF PURE AND APPLIED CHEMISTRY. A Analytical chemistry division commission on analytical nomenclature + nomenclature in evaluation of analytical methods including detection and quantification capabilities. **Pure & Applied Chemistry**, Oxford, v. 67, n. 10, p. 1699-1723, 1995.

MAGRI, L. P. **Quantificação de Acidez Titulável e pH Utilizando Técnica Potenciométrica como Indicador de Qualidade do Leite Bovino**. 2015. 76 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia do Leite e Derivados, Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia do Leite e Derivados, Universidade Federal de Juiz de Fora, Juiz de Fora, 2015.

MAREZE, J.; MARIOTO, L. R. M.; GONZAGA, N.; DANIEL, G C.; TAMANINI, R.; BELOTI, V. Detecção de adulterações do leite pasteurizado por meio de provas oficiais. **Semina: Ciências Biológicas e da Saúde**, Londrina, v. 36, n. 1, p.283-290, ago. 2015. Anual.

MILAGRES, M.P. **Desenvolvimento de metodologia analítica para determinação da concentração real de ácido láctico em leite por cromatografia líquida de alta eficiência – exclusão**

de íons. 2008. Dissertação (mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) Universidade Federal de Viçosa, Viçosa-MG. 2008.

PAULA, F. P.; CARDOSO, C.E.; RANGEL, M.A.C. Análise Físico-química do Leite Cru Refrigerado Proveniente das Propriedades Leiteiras da Região Sul Fluminense. **Revista Eletrônica Teccen**, Vassouras, v. 3, n. 4, p. 7-18, outubro/dezembro 2010. Disponível em: <http://editora.universidadedevassouras.edu.br/index.php/TECCEN>. Acesso em: 27 mar. 2021.

PELLEGRINI, L. G.; CASSANEGO, D. B.; GUSSO, A. P.; MATTANNA, P.; SILVA, S. V. Características físico-químicas de leite bovino, caprino e ovino. **SynergimusScientifica**, n. 1, v. 7, 2012.

ROSA-CAMPOS, A. A., ROCHA, J. E. S.; BORGIO, L. A.; MENDONÇA, M. A. Avaliação físico-química e pesquisa de fraudes em leite pasteurizado integral tipo C produzido na região de Brasília, Distrito Federal. **Revista do Instituto de Laticínios Cândido Tostes**, n. 379, v.66, p.30:34, 2011.

SANTOS, T. S. **Avaliação dos limites de detecção para substâncias antimicrobianas e redutoras de acidez com base nos métodos qualitativos oficiais de análise em elite**. 2019. 43 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Licenciatura em Química) – Instituto Federal de Educação, Ciência e tecnologia de Goiás, Câmpus Itumbiara,2019.

SILVA, A.C.O., HOOD, C.; SILVA, F.E.R.; MÁRSICO, E.T. **Detecção de fraudes em leite beneficiado e verificação dos métodos analíticos para análise de leite fluido**. Encontro de iniciação à científica. Prêmio UFF Vasconcelos. Universidade Federal Fluminense. Niterói, 2010.

TRONCO, V. M. **Manual para Inspeção da Qualidade do Leite**. 3ªed. Santa Maria: Ed. da UFSM, 2008. 206p.:Il.

WANDERLEY, C.H.; SILVA, A. C. O.; SILVA, F. E. R.; MÁRSICO, E.T.; CONTE JUNIOR C. A. Avaliação da sensibilidade de métodos analíticos para verificar fraude em leite fluido. **Rev de Ci Vida**. 2013;33(1):54-63.