

**UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
FACULDADE DE AGRONOMIA
CURSO DE AGRONOMIA
AGR99006 - DEFESA DE TRABALHO DE CONCLUSÃO**

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

Júlia de Assis

00209338

*Análises físico-químicas de leite cru e produto acabado de uma empresa de laticínios do
Vale do Taquari - RS*

PORTO ALEGRE, abril de 2017.

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
FACULDADE DE AGRONOMIA
CURSO DE AGRONOMIA

**Análises físico-químicas de leite cru e produto acabado de uma empresa de laticínios
do Vale do Taquari - RS**

Júlia de Assis

00209338

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado como
requisito para obtenção do Grau de Engenheiro
Agrônomo, Faculdade de Agronomia, Universidade
Federal do Rio Grande do Sul.

Supervisor de campo do Estágio: Químico Industrial Rodrigo Rohr

Orientador Acadêmico do Estágio: Professor Ibanor Anghinoni

COMISSÃO DE AVALIAÇÃO

Prof. Fábio Kessler Dal Soglio (Departamento de Fitossanidade - Coordenador)

Profa. Beatriz Maria Fedrizzi (Departamento de Horticultura e Silvicultura)

Prof. Alberto Vasconcellos Inda Junior (Departamento de Solos)

Prof. Pedro Alberto Selbach (Departamento de Solos)

Profa. Carine Simioni (Departamento de Plantas Forrageiras e Agrometeorologia)

Profa. Mari Lourdes Bernardi (Departamento de Zootecnia)

Profa. Carla Andrea Delatorre (Departamento de Plantas de Lavoura)

PORTO ALEGRE, abril de 2017.

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais, Paulo Ricardo de Assis e Jaine Marta de Bortoli, por serem os pais mais atenciosos e divertidos que eu conheço na face da Terra, e por sempre me apoiarem em qualquer decisão que tomei em minha vida, mesmo que algumas fossem se afastar da casa deles.

Aos meus irmãos, Paulo Ricardo de Assis Junior e Lucas de Assis, pois a cada dia, eles levam a todo lugar onde vão, os princípios de nossa família que, talvez, não seja perfeita, mas para nós é mais que perfeito.

Aos meus avós, Marli, Maria Rosa, Irno e Agenor, que sempre estão ao meu lado, preocupados se está tudo bem, se preciso de alguma coisa, e mesmo eu não sendo uma pessoa perfeita e, às vezes, meio desnaturada com eles, eles sempre dizem que me amam.

Ao meu namorado Ricardo, sempre, em qualquer circunstância ao meu lado, para onde quer que eu vá, e sempre me fornecendo um abraço apertado e um ombro para chorar nas horas de tristeza ou fúria, ou como na maioria das vezes, os dois juntos.

A melhor tia do mundo, Rosane de Assis (*in memoriam*) que, por infortúnio da vida, nos deixou muito cedo, mas eu sei que ela sempre teve o orgulho da pessoa que eu me tornei e da profissão que eu escolhi. Este trabalho de conclusão de curso é dedicado a ela, pela pessoa que ela sempre foi.

Às minhas amigas, que não irei citar nomes para não esquecer de ninguém, sempre preocupadas comigo, e sempre dando aquele “empurrãozinho” durante a faculdade, para erguer a cabeça, seguir em frente e focar no objetivo.

Aos professores, pelo seu empenho em disseminar o conhecimento e pelo amor à profissão.

Agradeço a todas as pessoas que de alguma forma interferiram em minha vida, para que eu pudesse crescer como ser humano e me tornar a pessoa que sou. Sei que tenho muito a melhorar, mas não seria a mesma pessoa que sou sem as pessoas que passaram pela minha vida.

RESUMO

O estágio foi realizado na Cooperativa dos Suinocultores de Encantado Ltda. durante os meses de janeiro e fevereiro de 2017. A escolha do local do estágio foi devida o nível de comprometimento e seriedade que a Cooperativa demonstra, tanto com os colaboradores quanto com os consumidores, em estimular o agronegócio local e produzir alimentos seguros. Os objetivos foram de aprofundar os conhecimentos adquiridos na Faculdade, assim como adquirir experiência na área de laticínios, recebimento de leite fluído, monitoramento de produção e análises e padrões de liberação de produtos. Os dados das análises físico-químicas não foram disponibilizados para divulgação no presente trabalho, porém foi observado que há um crescente aumento na qualidade do leite recebido dos produtores e da qualidade dos produtos destinados à comercialização. Outro fator de grande importância é o avanço da tecnologia, que possibilita fornecer alimentos perecíveis com uma maior vida de prateleira.

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Atributos microbiológicos e físico-químicos para leite cru refrigerado exigidos pela Instrução Normativa (IN) nº 62 do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA).....	14
Tabela 2. Requisitos físicos e químicos de leite cru refrigerado exigidos pela Instrução Normativa (IN) nº 62 do MAPA	17
Tabela 3. Requisitos físicos e químicos de leite UHT integral, semidesnatado ou desnatado, exigidos pela Portaria nº 370 do MAPA.....	18
Tabela 4. Requisitos físicos e químicos do creme de leite, exigidos pela Portaria nº 146 do MAPA	19
Tabela 5. Requisitos físicos e químicos do achocolatado (Bebida Láctea UHT com adição), exigidos pela IN nº 16 do MAPA.....	19
Tabela 6. Requisitos físicos e químicos do leite em pó integral e leite em pó integral instantâneo, exigidos pela Portaria nº369 do MAPA	20
Tabela 7. Tabela de conversão de densidade do leite, correspondente a 15°C.....	36

LISTA DE FIGURAS

- Figura 1.** Localização do município de Arroio na Microrregião Lajeado-Estrela no RS 9
- Figura 2.** Evolução do número de pessoas ocupadas por setor de produção de 2007 a 2013 no município de Arroio do Meio. 10

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	8
2. CARACTERIZAÇÃO DO MEIO FÍSICO E SOCIOECONÔMICO DE ARROIO DO MEIO E VALE DO TAQUARI	9
2.1. Localização e aspectos sociais	9
2.2. Solo, relevo e clima	9
2.3. Economia e agronegócio	10
3. CARACTERIZAÇÃO DA COOPERATIVA DOS SUINOCULTORES DE ENCANTADO LTDA	11
4. REFERENCIAL TEÓRICO SOBRE QUALIDADE DO LEITE E SEUS DERIVADOS	12
5. ATIVIDADES REALIZADAS	16
5.1. Análises físico-químicas de leite cru refrigerado	16
5.2. Análises físico-químicas de leite Ultra High Temperature (UHT)	17
5.3. Análises físico-químicas de creme de leite e achocolatado	18
5.4. Análises físico-químicas de leite em pó	19
5.5. Análise de pH e cloro residual na água potável	20
5.6. Gordura e crioscopia do leite	20
5.7. Análises de reclamações de clientes	20
5.8. Análise de concentração de soda, ácido e pH de Limpeza no Local (CIP – Cleaning in Place)	21
5.9. Atividades extras	21
6. DISCUSSÃO	22
7. CONSIDERAÇÕES FINAIS	24
REFERÊNCIAS	25
ANEXO A - Metodologia de análise físico-química de recepção do leite cru (CASTANHEIRA, 2012).	28
ANEXO B - Metodologia de análise físico-química de creme de leite (CASTANHEIRA, 2012).	42
ANEXO C - Metodologia de análise físico-química de leite em pó integral (CASTANHEIRA, 2012).	44

1. INTRODUÇÃO

O “alimento seguro” é um tema que vem crescendo e ganhando espaço mundialmente nas pesquisas e mídia, pois a cada dia que passa há um aumento com a preocupação de oferecer um alimento mais saudável à população e, para isso, é necessário haver um acompanhamento desde o cultivo e extração da matéria prima até o processamento final.

O leite é a principal fonte de ingestão de nutrientes durante boa parte da vida humana. Necessitamos dele principalmente para crianças e idosos, para quem se faz necessário uma ingestão de alimentos ricos em nutrientes e que possam suprir de forma eficiente as demandas. Estas fases da vida são onde o ser humano está mais susceptível a enfermidades, então se dá a devida importância de oferecer um alimento seguro e livre de qualquer impureza, seja ela química, física ou microbiológica. Pois o leite, quando mal manejado, pode ser uma fonte potencial de transmissão de doenças gastrointestinais. Então, o que se procura ao longo dos anos e com o surgimento de novas leis e programas do governo federal, como o Programa Alimentos Seguros, é principalmente reduzir a carga microbiológica contida no leite que, conseqüentemente, elevará a qualidade do leite cru e de seus derivados.

A indústria de laticínios é um fator preponderante na movimentação financeira da Região do Vale do Taquari por estimular a produção agropecuária e evitar e/ou minimizar o êxodo rural. Isto por se tratar de uma região que se caracteriza pelo relevo fortemente acidentado e pequenas propriedades (< 20 ha), impossibilitando que a maioria delas possam produzir e gerar renda apenas produzindo grãos, abrindo portas para a área de pecuária e, em especial, de gado de leite, aves e suínos.

A Cooperativa de Suinocultores de Encantado Ltda., além de adquirir o leite produzido pelos associados, também conta com a produção de suínos para abate em sistema integrado, adquire grãos produzidos pelos associados para produção de ração e, atualmente, está construindo uma planta de abate de aves dentro de um sistema integrado de produção.

A escolha do local e o tema principal do estágio foi pela possibilidade de propiciar o acompanhamento diário de uma indústria de laticínios, que atende de forma cooperativada seus colaboradores e estimula a produção agropecuária do Vale do Taquari.

2. CARACTERIZAÇÃO DO MEIO FÍSICO E SOCIOECONÔMICO DE ARROIO DO MEIO E VALE DO TAQUARI

2.1. Localização e aspectos sociais

O município de Arroio do Meio (Lat. 29° 24' 03" S; Long. 51° 56' 42" O) está localizado a aproximadamente 121 quilômetros da capital Porto Alegre. Encontra-se às margens da Encosta Superior do Nordeste e Planalto Médio, e faz parte da região do Vale do Taquari, juntamente com mais outros trinta e cinco municípios (WIKIPEDIA, 2017). Os municípios que fazem divisa com Arroio do Meio são Capitão, Colinas, Encantado, Estrela, Lajeado, Marques de Souza, Roca Sales e Travesseiro (Figura 1).



Figura 1. Localização do município de Arroio na Microrregião Lajeado-Estrela no RS

Fonte: CITY BRAZIL

2.2. Solo, relevo e clima

Os solos de predominância no município são o Cambissolo Háplico Eutrófico típico, Luvissole Háplico Pálico plúntico e o Neossolo Regolítico Eutrófico típico, com relevo ondulado e forte ondulado (STRECK et al., 2008).

O clima da região é subtropical úmido, que é caracterizado por uma precipitação média de 1.700 mm por ano, com temperatura média anual de 18°C (IBGE, 2016).

2.3. Economia e agronegócio

O Índice de Desenvolvimento Humano (IDH) do município é de 0,769, é o 31º no estado do Rio Grande do Sul, segundo dados no Programa das Nações Unidas para o Desenvolvimento Humano (PNDU) de 2010 (WIKIPEDIA, 2017).

A agricultura do município vem crescendo ao longo dos anos, porém a maior parte da população trabalha na indústria. Comparado à quantidade de pessoas ocupadas pelo setor agricultura com o setor indústria, a relação pode chegar a ser maior que 1:30, ou seja, para cada um agricultor existem mais de 30 pessoas trabalhando na indústria (Figura 2).

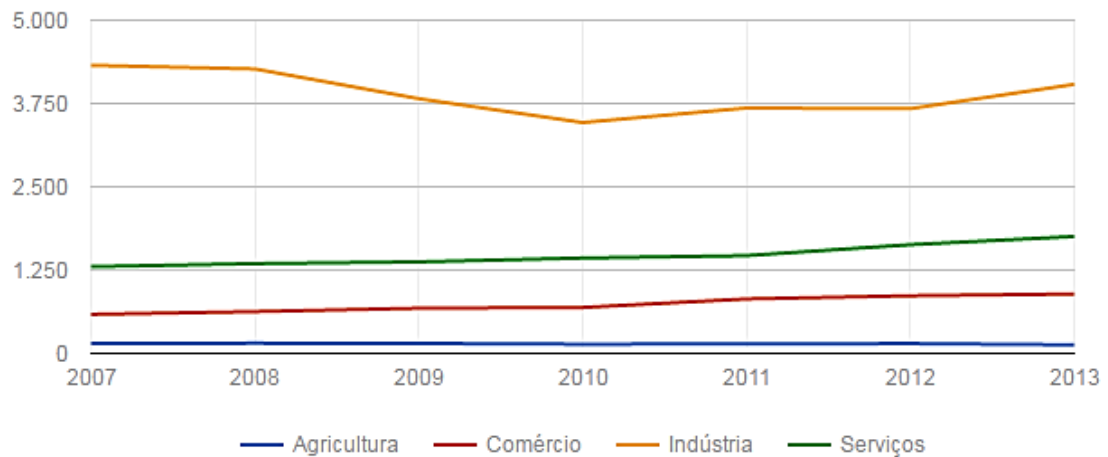


Figura 2. Evolução do número de pessoas ocupadas por setor de produção de 2007 a 2013 no município de Arroio do Meio.

Fonte: IBGE (2014)

Porém, mesmo havendo uma menor participação no número de pessoas na agricultura, ela é responsável por cerca de 25% da riqueza município, pelo cultivo de milho, soja, trigo, hortaliças e fumo, além da pecuária que é muito forte tanto no município quanto na região, pela criação de aves, suínos, bovinos de corte e leite (IBGE, 2014).

3. CARACTERIZAÇÃO DA COOPERATIVA DOS SUINOCULTORES DE ENCANTADO LTDA

A sede da Cooperativa dos Suinocultores de Encantado Ltda. é localizada no município de Encantado – RS, com duas filiais localizadas no município de Arroio do Meio – RS, nos bairros Aimoré e Palmas. A Cooperativa foi fundada em 1947, por João Batista Marchese, juntamente com outros 387 pequenos produtores. A atividade principal na época e até os dias de hoje é a produção de suínos de forma integrada. Em 1957, para diversificar as atividades e atender a demanda crescente do mercado, foi inaugurada a fábrica de óleo de soja, hoje inativa. Em 1963 foi inaugurada a fábrica de rações que, até hoje, supre as demandas da cooperativa. Em 1965 foi inaugurada a indústria de laticínios no município de Arroio do Meio, bairro Aimoré (DÁLIA, 2016).

Recentemente, a empresa passou a contar com mais uma indústria de laticínios, localizada no município de Arroio do Meio, bairro Palmas. Com o objetivo de diversificar o mercado, houve a instalação de uma nova planta de abate de aves, ao lado da indústria de laticínios de Arroio do Meio - Palmas. Atualmente, a cooperativa tem capacidade de abate de 2.500 suínos e de industrialização de 1.560.000 litros de leite por dia.

A cooperativa conta com aproximadamente 1.500 colaboradores e 4.300 associados.

4. REFERENCIAL TEÓRICO SOBRE QUALIDADE DO LEITE E SEUS DERIVADOS

Ao longo dos anos a indústria, de um modo geral, vem buscando elevar o nível da qualidade do leite, que pode ser alcançada utilizando métodos de manejo já conhecidos. Dentre esses, podem ser citados os seguintes: controle de doenças, principalmente mastite, que eleva a Contagem de Células Somáticas (CCS), por haver inflamação da glândula mamária; higiene na pré e pós-ordenha, que poderá garantir uma menor contaminação bacteriana ao leite que, por sua vez, irá interferir na Contagem Bacteriana Total (CBT); adição de neutralizantes e reconstituíntes no leite prática que, atualmente, constitui em um ato criminoso, passível de punição perante a lei; armazenamento e transporte, ambos devem ocorrer em locais limpos e com temperatura controlada; tecnologia de industrialização, com pessoal capacitado, equipamentos com manutenção em dia e com a melhor tecnologia que o mercado tem a oferecer. Estas e outras técnicas auxiliam o setor lácteo a evoluir em qualidade e quantidade ao longo dos anos (MILK POINT, 2007a, 2007b, 2009).

Basicamente, o leite de vaca é constituído por 3 a 4% de proteína, 3,5 a 5,3% de gordura, rico em vitaminas A, C, D, E, K e do complexo B (exceto B₁₂). É também uma fonte rica em cálcio e fósforo, rico em carboidratos, sendo o principal carboidrato a lactose, que compreende cerca de 5% do leite fluído (EMBRAPA, 2016). Sendo assim, pode-se deduzir que o leite é um dos alimentos mais completos e balanceados que existe. Por exemplo, ao ingerir um copo de leite (200 ml) ao dia, estar-se-á ingerindo aproximadamente 130 kcal, 7 g de proteína e 245 mg de cálcio. Isto corresponde, respectivamente, a 5, 14 e 31% das exigências de um adulto saudável, que deve ingerir em torno de 2.000 kcal ao dia para se manter saudável (IDEC, 2003).

No ano de 2002, com a promulgação da Instrução Normativa (IN) nº 51 do Ministério de Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA) e, em 2011, com a IN nº 62, foram estipulados metas e prazos para que os valores de CCS e CBT fossem reduzidos gradativamente até que se atingisse um nível satisfatório. As metas iniciais foram de $1,0 \times 10^6$ células/ml e UFC/ml para ambos de modo a chegar à condição de $1,0 \times 10^5$ UFC/ml para CBT e $4,0 \times 10^5$ células/ml para CCS (BRASIL, 2002, 2011). Os níveis exigidos para CCS são inferiores, quando comparados a países desenvolvidos, como por exemplo, os Estados Unidos, em que a exigência é de $7,5 \times 10^5$ células/ml. Já para CBT, as exigências se igualam entre Brasil e Estados Unidos (MILK POINT, 2014).

Maiores valores de CCS poderão causar mudanças nos constituintes físico-químicos do leite, como o aumento do teor de gordura que se deve à redução do volume de leite produzido

por animal por dia, devido à inflamação da glândula mamária. Outro parâmetro físico-químico afetado é o teor de proteína do leite, que também ocorre devido ao aumento da concentração de gordura e, também, pelo aumento de proteína celular, por haver alta população microbiana, que é devido à elevada CCS e CBT. Além disto, poderá ocorrer degradação da caseína presente no leite, que afetará diretamente o rendimento na fabricação de queijos. O aumento da CCS leva à redução da concentração de lactose e isto pode decorrer de distúrbios da glândula mamária, que afeta a síntese de lactose e intervém na permeabilidade da membrana que separa o leite do plasma sanguíneo, resultando na perda de lactose para a corrente sanguínea (VARGAS et al., 2014).

Por esses e outros motivos, nota-se a importância de serem realizadas análises físico-químicas, para que haja o controle da qualidade, desde a matéria prima até o produto acabado, para poder se ajustar e seguir a legislação pertinente, desenvolver produtos novos e melhores, monitorar processos e standardizar padrões estabelecidos (Tabela 1) (CASTANHEIRA, 2010). O controle da qualidade do leite que chega na indústria deve ser realizado diariamente através de análises microbiológicas e análises físico-químicas. Esta regra também vale para derivados lácteos durante e após a sua produção. A qualidade do leite e de seus derivados pode ser comprovada por análises físico-químicas, provas de higiene, reações colorimétricas e provas organolépticas (TRONCO, 1997).

A Instrução Normativa n° 62, de 29 de dezembro de 2011, do MAPA, define o leite como sendo um produto oriundo da ordenha completa e ininterrupta, em condições de higiene de vacas sadias, bem alimentadas e descansadas. O leite cru refrigerado deve ser *“produzido nas propriedades rurais do território nacional e destinado à obtenção de Leite Pasteurizado para consumo humano direto ou para transformação em derivados lácteos em todos os estabelecimentos de laticínios submetidos a inspeção sanitária oficial”*. Ele é definido como produto refrigerado e mantido a 7°C na propriedade rural, chegando na indústria com no máximo 10°C, transportado em carro tanque isotérmico, da propriedade rural para um posto de resfriamento ou para estabelecimento industrial adequado para que possa ser processado (BRASIL, 2011).

A composição do leite pode variar conforme a raça dos animais, período entre ordenhas, alimentação, manejo, temperatura ambiente, volume de leite produzido e infecção da glândula mamária (EMBRAPA, 2016). A composição e as características físico-químicas do leite também podem ser influenciadas pela pós-ordenha, quando poderá sofrer variações pelo modo em que é armazenado e transportado, por higienização de equipamentos, maquinários e funcionários em todo o processo, desde a coleta na propriedade até o envase asséptico. A fim

de evitar tais variações de qualidade e de garantir a produção de alimentos seguros, todos os atributos físico-químico do leite cru e de seus derivados são monitorados desde o recebimento pela indústria até o fim da vida de prateleira (SANTANA & FAGNANI, 2014).

Tabela 1. Atributos microbiológicos e físico-químicos para leite cru refrigerado exigidos pela Instrução Normativa (IN) nº 62 do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA)

Parâmetros	Valores
Microbiológicos	
CCS, células/mL	Máx. $4,0 \times 10^5$
CBT, UFC/mL	Máx. $1,0 \times 10^5$
Físico-químicos	
Proteína, g/100 g	Mín. 2,9
Matéria gorda, g/100 g	Mín. 3,0
Sensorial	Cor, odor, sabor e aspecto característicos
Neutralizantes de acidez e reconstituíntes de densidade	Ausência
Densidade Relativa a 15/15°C g/mL	1,028 a 1,034
Acidez titulável, g ácido láctico/100 mL	0,14 a 0,18
Extrato Seco Desengordurado, g/100 g	Mín. 8,4
Índice Crioscópico, °H	-0,530 a -0,550
Antibióticos e inibidores de crescimento microbiano	Ausência

Fonte: SANTANA & FAGNANI (2014)

As análises físico-químicas e microbiológicas são importantes para que se possa saber se a matéria prima e o produto final são de boa qualidade e que não poderão causar prejuízos à saúde de quem estiver os ingerindo. A importância das análises também está ligada ao fato de que empresas adotaram um sistema de pagamento em que o produtor é bonificado pela qualidade do leite entregue. Alguns dos parâmetros bonificados são CCS, CBT, proteína, gordura e volume de leite entregue no mês (BORGES et al., 2009).

Considerando o rumo que o setor leiteiro tomou nos anos 80 e 90, com o aumento do consumo de leite *in natura*, pasteurizado e derivados lácteos, aumentou-se a preocupação com o combate contra fraudes, adulterações e falsificações. Apenas em 1996, foi criado o primeiro programa que abordava o tema, qualidade de leite, denominado então de Programa Nacional de Melhoria da Qualidade do leite (PNMQL), criado pela Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária (EMBRAPA), Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA) e

Universidades. Em 1999 foi criada a primeira legislação que estabelecia padrões mínimos de qualidade do leite *in natura*, Portaria nº 56 (SANTANA & FAGNANI, 2014).

As INs nº 51 e 62, que foram as legislações que seguiram após a Portaria nº 56, do regulamento técnico de qualidade e identidade do leite, introduziram a obrigatoriedade da inclusão de análises individuais, por produtor, ao menos uma ou duas vezes por mês, e dentre elas estão a análise de pesquisa de neutralizantes de acidez, pesquisa de reconstituíntes da densidade, pesquisa de inibidores de crescimento microbiano e determinação da depressão do ponto de congelamento. Estas análises visam a supressão de adições dolosas de agentes químicos, que viriam a “melhorar” o leite (VIDOR, 2002).

Os principais químicos, que adicionados ao leite atuam como inibidores de crescimento microbiano são a água oxigenada, antibiótico, formol, cloro e hipoclorito. Para químicos que atuam como neutralizantes de acidez são o bicarbonato de sódio, carbonato de cálcio e soda. Como reconstituíntes de acidez, temos o amido, a sacarose, o cloreto de sódio e o soro do leite. Para a determinação da depressão do ponto de congelamento, as substâncias adicionadas ao leite que interferem nos componentes físico-químicos são a água e o soro do leite (TRONCO, 1997). Wanderley et al. (2012) mostram que adições de 0,4% de água ou cloro e de 0,06% de cloreto de sódio ou bicarbonato de sódio, podem ser verificadas através de análises físico-químicas. A análise em que se pode observar a maior repetitividade é a depressão do ponto de congelamento.

Em 1972, foi lançada no Brasil a tecnologia de processamento do leite em temperatura de 130 a 150°C, durante 2 a 4 segundos, denominada de ultrapasteurização. Esta forma de industrialização do leite possibilita, além da eliminação de micro-organismos patogênicos, também a eliminação dos micro-organismos que causam a deterioração do produto. Este tipo de produto acaba facilitando a venda e consumo do leite, pois é um produto mais seguro, em termos microbiológicos, e que proporciona um maior tempo de armazenamento, sem que sejam necessários ambientes controlados (ALVES, 2001).

Apesar da tecnologia da ultrapasteurização ter sido criada nos Estados Unidos entre as décadas de 40 e 50, a comercialização só poderia ser feita com embalagens de envase asséptico. Na Suécia, na década de 60, houve o desenvolvimento da embalagem asséptica, sendo possível, a partir deste momento, iniciar a comercializações do leite longa vida - UHT (ALVES, 2001).

5. ATIVIDADES REALIZADAS

As atividades consistiram principalmente na realização e acompanhamento das análises físico-químicas que são efetuadas diariamente. O laboratório realiza mais análises do que as que serão citadas no presente trabalho.

A unidade de laticínios Arroio do Meio – Palmas não conta com laboratório para análises microbiológicas, porém as amostragens microbiológicas acontecem diariamente e são encaminhadas para outras unidades da empresa que contam com laboratórios que executam tais análises. As análises de CCS, CBT e proteína são enviadas para análise no laboratório Unianálises da Univates – Lajeado/RS.

5.1. Análises físico-químicas de leite cru refrigerado

As análises de leite cru refrigerado, seguem as normas da Instrução Normativa (IN) nº62, de 29 de dezembro de 2011, do MAPA.

O leite cru refrigerado chega até a indústria todos os dias e nada mais é que o leite coletado dos produtores, sendo que, antes da coleta em cada propriedade, o motorista deve verificar a temperatura, que não deve ser superior à 7°C e passar no teste do alizarol a 76%.

O caminhão, ao chegar na indústria, é averiguado para verificar se os lacres de segurança se encontram inviolados e se encontram nos locais pré-destinados. Após realizada essa verificação, inicia-se a homogeneização e verificação da temperatura do leite de cada tanque; cada caminhão pode apresentar de um a cinco tanques. Realizada a homogeneização do tanque, é coletada uma amostra com aproximadamente 300 mL, que será destinada ao laboratório, para que sejam realizadas as análises físico-químicas.

Todo caminhão que chega à indústria é acompanhado por um membro do laboratório de análises físico-químicas, para a coleta das amostras de seus tanques e, havendo irregularidade, para que sejam tomadas as devidas providências. Nesse procedimento, existe uma planilha de controle onde consta uma série de itens a serem verificados durante a coleta das amostras, tais como: a condição de limpeza externa do caminhão; se o motorista está utilizando uniforme adequado; caixa de equipamentos do caminhão; condições da mangueira de coleta do leite; funcionamento da refrigeração e higiene da geladeira; acondicionamento e temperatura das amostras advindas dos produtores; quantas amostras há na geladeira e qual a temperatura em que o alizarol se encontra.

Após a coleta ter sido acompanhada e ter sido verificado que não há nenhuma irregularidade, as amostras de leite de cada tanque seguem para o laboratório para a realização

das análises, apresentadas na Tabela 2, entre outras aqui citadas: acidez, alizarol 76%, crioscopia, gordura (método do Ekomilk), extrato seco desengordurado, densidade, antibióticos, sólidos totais, índice caseíno-macropéptídeo, fosfatase, peroxidase, redutase e fraudes (presença ou ausência de água oxigenada, álcool, formol, soda, sal, cloro, hipoclorito, sacarose, amido e bicarbonato). As metodologias de análises utilizadas foram de CASTANHEIRA (2010, 2012), que podem ser verificadas no **Anexo A**.

Tabela 2. Requisitos físicos e químicos de leite cru refrigerado exigidos pela Instrução Normativa (IN) n° 62 do MAPA

Análise	Requisitos
Matéria gorda, %	Mín. 3,0
Índice crioscópico, °H	-0,530 a -0,550
Extrato seco desengordurado, %	Mín. 8,4
Densidade, g/L	1.028 a 1.034
Acidez titulável, %	0,14 a 0,18
Proteínas, g/100g	Mín. 2,9
Sensorial	Cor, odor, aspecto e sabor característicos
Neutralizantes de acidez e reconstituíntes do leite	Ausência
Antibióticos e inibidores de crescimento microbiano	Ausência

Fonte: SANTANA & FAGNANI (2014)

5.2. Análises físico-químicas de leite Ultra High Temperature (UHT)

As análises de leite UHT seguem as normas da Portaria n° 370, de 04 de setembro de 2007, do MAPA. As análises de leite UHT são realizadas durante o processo de produção para que haja um monitoramento do produto, e também são realizadas análises após o término da produção, em média três dias após a sua data de fabricação.

As análises durante a produção ocorrem de hora em hora, para todos os tipos de leite UHT, seja ele integral, semidesnatado, desnatado e sem lactose. As variáveis analisadas são a acidez, alizarol 80%, crioscopia, gordura pelo método butirométrico, sensorial e pH (Tabela 3). Já as seguintes análises são necessárias para liberação do produto para comercialização: acidez, gordura pelo método butirométrico, crioscopia, pH e sensorial. Além destas análises do produto líquido, também são analisadas as embalagens. Para estas, são realizadas a pesagem das mesmas cheias e, após, já vazias e secas, em que se verifica se há presença ou ausência de micro-canais na camada mais interna da caixa e se o volume de produto envasado corresponde aos dados impressos na embalagem.

Tabela 3. Requisitos físicos e químicos de leite UHT integral, semidesnatado ou desnatado, exigidos pela Portaria n° 370 do MAPA

Parâmetros	Integral	Semidesnatado	Desnatado
Matéria gorda, %	Mín. 3,0	0,6 a 2,9	Máx. 0,5
Extrato seco desengordurado, %	Mín. 8,2	Mín. 8,3	Mín. 8,4
Acides titulável, %	0,14 a 0,18	0,14 a 0,18	0,14 a 0,18
Sensorial	Cor, odor, aspecto e sabor característicos	Cor, odor, aspecto e sabor característicos	Cor, odor, aspecto e sabor característicos
Estabilidade ao etanol 68%, v/v	Estável	Estável	Estável

Fonte: SANTANA & FAGNANI (2014)

5.3. Análises físico-químicas de creme de leite e achocolatado

As análises de creme de leite seguem as normas da Portaria n° 146, de 07 de março de 1996, do MAPA. As análises de achocolatado seguem as normas da IN n° 16, de 23 de agosto de 2005, do MAPA. Estas análises (Tabelas 4 e 5) são realizadas de duas em duas horas durante o processo de produção e, em média, cinco dias após a sua data de fabricação, para verificar a adequação dos seus parâmetros físico-químicos para que os mesmos possam ser liberados para comercialização.

As análises para esses produtos são basicamente as mesmas para leite UHT, apenas diferenciando-se que a gordura é feita em butirômetro de creme de leite e não em butirômetro de leite. A acidez, ao invés de ser realizada por coloração, no caso do achocolatado, é realizada pela mudança de pH. Entretanto, não há necessidade de realizar análise da estabilidade ao alizarol para ambos e de crioscopia para o achocolatado. Em síntese, para creme de leite são realizadas as análises de crioscopia, gordura, sensorial, acidez e pH. Para o achocolatado são realizadas as análises de acidez, pH, sensorial e gordura e do exame metrológico para verificação das embalagens e do volume nelas contido. As metodologias de análise empregadas foram as de CASTANHEIRA (2010, 2012), que podem ser verificadas para creme de leite (**Anexo B**) e a análise de matéria gorda em bebida láctea achocolatada (**Anexo A**). A metodologia que é empregada para leite UHT é a mesma para bebida láctea achocolatada.

Tabela 4. Requisitos físicos e químicos do creme de leite, exigidos pela Portaria n° 146 do MAPA

Análise	Requisitos
Matéria gorda, %	Mín. 20,0 Máx. 49,9
Acidez titulável, g de ácido láctico/100 g de creme de leite	Máx. 0,2
Sensorial	Cor, odor, aspecto e sabor característicos

Fonte: SANTANA & FAGNANI (2014)

Tabela 5. Requisitos físicos e químicos do achocolatado (Bebida Láctea UHT com adição), exigidos pela IN n° 16 do MAPA

Análise	Requisitos
Matéria gorda, %	Mín. 1,0
Sensorial	Cor, odor, aspecto e sabor característicos

Fonte: SANTANA & FAGNANI (2014)

5.4. Análises físico-químicas de leite em pó

As análises de leite em pó seguem as normas da Portaria n° 369, de 04 de setembro de 1997, do MAPA. Elas são realizadas de duas formas (Tabela 6):

- a) Se o leite em pó for integral, sem a adição de lecitina de soja, que o tornaria instantâneo, as análises são realizadas a cada 30 minutos, sendo que na hora cheia (ex. 8h) um funcionário do laboratório coleta uma amostra e na meia hora (ex. 8h30min), um funcionário da sala de controle coleta uma amostra para ser encaminhada ao laboratório. Na coleta da hora cheia são analisadas a umidade do leite em pó e a presença ou ausência de partículas queimadas, e na meia hora só é verificada a umidade.
- b) Para leite em pó instantâneo, em que há a adição de lecitina de soja, as coletas das amostras também ocorrem a cada 30 minutos, porém na coleta da hora cheia, além de se verificar umidade e partículas queimadas, também se verifica a sua umectabilidade e na coleta contínua, a cada meia hora, se analisa apenas a umidade.

Por outro lado, as seguintes análises são efetuadas para liberação do produto para a comercialização: acidez, gordura, pH, sensorial, índice de insolubilidade, densidade, umectabilidade, dispersabilidade e índice de caseína-macropéptido. A metodologia de análise empregada no presente trabalho foi proposta por CASTANHEIRA (2010, 2012) para produto leite em pó (**Anexo C**).

Tabela 6. Requisitos físicos e químicos do leite em pó integral e leite em pó integral instantâneo, exigidos pela Portaria nº369 do MAPA

Análises	Integral	Integral Instantâneo
Matéria gorda, %	≥ 26,0	≥ 26,0
Sensorial	Cor, odor, aspecto e sabor característicos	Cor, odor, aspecto e sabor característicos
Umidade, %	Máx. 3,5	Máx. 3,5
Sólidos Não Gordurosos, %	Máx. 18,0	Máx. 18,0
Índice de Solubilidade, mL	Máx. 1,0	Máx. 1,0
Partículas Queimadas	Disco B	Disco B
Umectabilidade, s	-	Máx. 60
Dispersabilidade, %	-	85

Fonte: SANTANA & FAGNANI (2014)

5.5. Análise de pH e cloro residual na água potável

Os padrões de pH e cloro residual seguem os padrões da Portaria nº 2914, de 12 de dezembro de 2011, do Ministério da Saúde. Desta forma, diariamente, três vezes ao dia, são coletadas amostras de água em seis pontos nas dependências da empresa, dentre eles o laboratório, a barreira sanitária do leite em pó, a sala de envase do leite UHT, o refeitório, o vestiário masculino e o vestiário feminino, para verificar se o pH e a quantidade de cloro residual estão dentro dos padrões exigidos pelo Ministério da Saúde.

5.6. Gordura e crioscopia do leite

As análises de gordura e crioscopia do leite de produtores são realizadas a cada início de mês, de cada produtor individualmente, pois os produtores são bonificados por, além da quantidade de litros entregue, pela qualidade do leite. A análise de gordura e crioscopia é realizada em laboratório próprio e as análises de proteína, CCS e CBT são enviadas para análise no laboratório Unianálises da Univates.

5.7. Análises de reclamações de clientes

Como em toda indústria de produtos alimentícios, sempre surgem reclamações de consumidores pelo fato do produto, no momento do consumo, não apresentar os padrões especificados. Então, a cada reclamação que chega à empresa, algum laboratorista verifica o Shelf-life (“vida de prateleira”, sala que contém os produtos para verificação de futuras irregularidades no produto) e coleta o produto com os mesmos dados de lote, data de fabricação, data de validade e hora de fabricação do produto reclamado e algumas análises são feitas para

verificar se o produto foi produzido fora dos padrões de qualidade ou se o problema foi ocasionado após a expedição do produto pela empresa.

As análises realizadas são a sensorial, acidez, crioscopia, gordura, pH, alizarol 80% e densidade e o resultado deve ser enviado em até cinco dias úteis para o responsável pelo atendimento das reclamações acerca da qualidade do produto em pauta.

5.8. Análise de concentração de soda, ácido e pH de Limpeza no Local (CIP – Cleaning in Place)

Em no máximo 20 horas de produção do leite UHT, creme de leite e achocolatado e, sempre que necessário para qualquer produto, são realizadas limpezas com soda e/ou ácido. Assim, sempre que é realizado CIP, em qualquer máquina, são coletadas amostras em pontos pré-estabelecidos, para verificar se a concentração de ácido e/ou soda estão em níveis adequados, para que haja uma boa higienização da planta de leite, pois são equipamentos que precisam trabalhar em ambiente asséptico, para obter um produto final de ótima qualidade. A análise do pH tem o objetivo de verificar, durante o enxágue, que todo o resíduo de ácido e/ou soda tenha sido eliminado.

5.9. Atividades extras

Durante o estágio, além de participar das análises diárias, também foi dada a oportunidade de visitar a fábrica de leite em pó, achocolatado, creme de leite e leite UHT para entender todo o processo de fabricação, desde a coleta do leite nos produtores até a saída para a comercialização.

Outra oportunidade foi a de participar da Semana Interna de Prevenção de Acidentes de Trabalho (SIPAT), quando foi possível assistir palestras sobre meio ambiente, primeiros socorros e EPI's.

6. DISCUSSÃO

Atualmente, existem diversas regulamentos técnicos para a identidade e qualidade do leite e seus derivados, que são seguidamente monitorados por órgãos governamentais, tal que no ano de 2013 foi instaurada a operação “Leite Compensado”. Esta operação tinha como foco principal coibir pessoas físicas ou jurídicas que praticassem atos fraudulentos no leite, principalmente a adição de substâncias não previstas por lei. Essas fraudes incluem a adição de formol, cloreto de sódio, bicarbonato de sódio, carbonato de sódio, álcool, amido, sacarose, hipoclorito e cloro.

No estudo de LACERDA et al. (2011), foi comprovado que havia fraudes no leite pasteurizado comercializado no município de São Luis – Maranhão, com a adição de água ou soro de desnate prévio, evidenciado pelos valores de densidade e crioscopia. Os limites exigidos por lei de crioscopia são de $-0,512\text{ }^{\circ}\text{C}$ à $-0,531\text{ }^{\circ}\text{C}$ e, para densidade, a variação de 1,028 à 1,034 g/mL. Pelo fato de haver incoerência com os padrões exigidos por lei, onde os valores de crioscopia e densidade ficaram abaixo do mínimo exigido, os autores puderam afirmar que houve uma possível adição de água e soro advindo de desnate prévio, para dar volume ao leite pasteurizado.

Casos de fraude no leite são citados por outros autores, como Oliveira et al. (2017), com leite pasteurizado comercializado na microrregião de Ubá – Minas Gerais. Nesse caso, 28,8 % das amostras se mostraram fora dos padrões mínimos para gordura, 57,1 % das amostras estavam fora dos padrões de índice crioscópico e uma amostra com adição comprovada de água. Freitas-Filho et al. (2009) verificaram fraude no leite *in natura* comercializado informalmente em Garanhuns – Pernambuco, onde foram constatadas as mais diversas fraudes, como a adição de amido, cloreto, peróxido, água e soro de desnate prévio, alterando significativamente os valores de densidade, pH, acidez e a análise de redutase das amostras. Silveira & Bertagnolli (2014) realizaram a coleta e análise de dez amostras de leite comercializado informalmente em feiras livres no município de Santa Maria – Rio Grande do Sul. Para a análise de acidez titulável, 80 % das amostras apresentaram acidez acima de 0,18 g de ácido láctico/100 mL. Os valores de densidade e índice crioscópico, para os 20 % das amostras que ficaram dentro dos padrões para acidez titulável, que é de 0,14 a 0,18 g de ácido láctico/100 mL, ficaram fora dos padrões exigidos pela IN nº 62, ficando abaixo de 1.028 g/L e $-0,530\text{ }^{\circ}\text{H}$, respectivamente.

Os dados observados durante o período de estágio não foram disponibilizados pela Cooperativa para divulgação, porém foi observado que, de um modo geral, na média das análises, todos os requisitos de composição, tanto do leite quando dos derivados lácteos,

atendiam os padrões exigidos pelas INs do MAPA. Na operação “Leite Compensado” no Rio Grande do Sul e Santa Catarina, a exemplo do que ocorreu no Maranhão (LACERDA; RIBEIRO; VIEIRA, 2011), foram verificadas práticas fraudulentas, pelo uso indevido de substâncias adicionadas ao leite para consumo *in natura* e para a produção de derivados lácteos, que podem ou não causar danos à saúde humana a médio e longo prazo. O que ocorreu foi que grande parte das substâncias fraudulentas adicionadas ao leite foram feitas para “melhorar” a sua qualidade.

As análises de fraudes são realizadas diariamente na indústria de laticínios, porém a Instrução Normativa nº 62 (BRASIL, 2011) estabelece que é necessário análises de pesquisa de neutralizantes de acidez, reconstituintes do leite e inibidores de crescimento microbiano, embora não estabeleça para quais substâncias químicas há obrigatoriedade de análise. Para exemplos de neutralizantes de acidez, estão o bicarbonato de sódio, soda, carbonato de sódio, etc (TRONCO, 1997). Então, a legislação exige a análise, porém não estabelece para quais e quantas substâncias. Por este motivos, entre outros, é que ainda ocorrem fraudes no leite e derivados.

A Cooperativa dos Suinocultores de Encantado Ltda., como indústria de alimentos, demonstrou ser muito responsável e comprometida em fornecer produtos com altos padrão de qualidade, pela exigência ainda maior do que a determinada pela legislação.

7. CONSIDERAÇÕES FINAIS

O planeta exige que, ao longo do passar dos anos, com o crescente aumento da população mundial e com a limitação de área para a produção de alimentos, se otimize a produção e que se produzam alimentos com maior qualidade, para evitar o “desperdício”.

Foi observado que a indústria de alimentos está em constante mudança de padrões exigidos por lei. Com a mudança de postura do consumidor perante o mercado, muitas vezes o consumo é totalmente influenciado pela mídia.

A metodologia de análise pouco varia ao longo do tempo. Algumas são adaptadas para produtos novos e outras são excluídas, pois em nada acrescentam na determinação da qualidade do produto.

Apesar dos dados das análises físico-químicas não terem sido disponibilizadas pela Cooperativa para divulgação no presente trabalho, foi constatado que há um crescente aumento na qualidade do leite recebido dos produtores e, também, há um crescente aumento da qualidade dos produtos destinados à comercialização. Outro fator de grande importância é o avanço da tecnologia, que possibilita fornecer alimentos perecíveis com um maior tempo de vida de prateleira, sem que seja necessário um armazenamento especial. Ao leite UHT, por exemplo, é adicionado apenas um conservante simples (por exemplo: fosfato de sódio), permitindo que o mesmo possa ser conservado por até quatro meses, em temperaturas de até 40 °C.

A busca por informações foi árdua, pois temos poucas disciplinas sobre o assunto no currículo, o que determina um conhecimento limitado na temática do estágio. Outro motivo que dificulta a busca pelo assunto é que apesar de termos em nossa grade curricular poucas disciplinas que abordam o tema de tecnologia de alimentos, mesmo este assunto estando em nossa formação acadêmica, a bibliografia sobre qualidade de leite disponível na biblioteca da Faculdade de Agronomia é muito escassa. Apesar dessas possíveis limitações, a atividade desenvolvida no estágio foi muito gratificante e acrescentou deveras no crescimento como profissional da área agrônômica.

A escolha do local do estágio foi devido à indústria ser uma cooperativa, que tem como missão promover o desenvolvimento econômico e social dos associados e funcionários. Ela fornece emprego para a população que vive na área urbana e, também, estimula que os produtores rurais continuem e se estabeleçam em suas propriedades, gerando emprego e renda na área rural inclusive.

REFERÊNCIAS

- ALVES, D. R. Industrialização e comercialização do leite de consumo no Brasil. **Produção de Leite e Sociedade: uma análise crítica da cadeia do leite no Brasil**, Belo Horizonte, p. 75–83, 2001.
- BORGES, K. A. et al. Avaliação da qualidade do leite de propriedades da região do Vale do Taquari no estado do Rio Grande do Sul. **Acta Scientiae Veterinariae**, Porto Alegre, v. 37, n. 1, p. 39–44, 2009.
- BRASIL. Instrução Normativa nº 51. **Ministério da Agricultura**, p. 31–35, 2002.
- BRASIL. Instrução Normativa nº 62. **Ministerio Da Agricultura**, p. 6–11, 2011.
- CASTANHEIRA, A. C. G. **Manual Básico de Controle de Qualidade de Leite e Derivados comentado**. São Paulo: Cap-Lab, p. 270, 2010.
- CASTANHEIRA, A. C. G. **Manual Básico de Controle de Qualidade de Leite e Derivados comentado**. 2ª ed. São Paulo: Cap-Lab, p. 368, 2012.
- CITY BRAZIL. **Microrregião Lajeado-Estrela**. Disponível em: <http://www.citybrazil.com.br/rs/microregiao_detalhe.php?micro=21>. Acesso em: 28 mar. 2017.
- DÁLIA. **Nossa História**, 2016. Disponível em: <<http://www.dalia.com.br/nossa-historia>>. Acesso em: 1 mar. 2017.
- EMBRAPA. **Composição**, 2016. Disponível em: <http://www.agencia.cnptia.embrapa.br/Agencia8/AG01/arvore/AG01_128_21720039243.html>. Acesso em: 12 abr. 2017.
- FREITAS FILHO, J. R. et al. Caracterização físico-química e microbiológica do leite “in natura” comercializado informalmente no município de Garanhuns - Pe. **Revista Brasileira de Tecnologia Agroindustrial**, Ponta Grossa, v. 3, n. 2, p. 38–46, 2009.
- IBGE. **IBGE Cidades**, 2014. Disponível em: <<http://www.cidades.ibge.gov.br/painel/economia.php?lang=&codmun=430100&search=rio->

grande-do-sul%7Carroio-do-meio%7Cinfogr%E1ficos:-despesas-e-receitas-or%E7ament%E1rias-e-pib>. Acesso em: 1 mar. 2017.

IBGE. **Rio Grande do Sul - Arroio do Meio**, 2016. Disponível em:

<<http://www.cidades.ibge.gov.br/painel/historico.php?codmun=430100>>. Acesso em: 1 mar. 2017.

IDEC. Guia de consumo com segurança. In: **Alimentos**. São Paulo: Globo, 2003. p. 9–50.

LACERDA, L. M.; RIBEIRO, A. C.; VIEIRA, M. M. Comunicação avaliação da composição e qualidade físico-química do leite pasteurizado pradonizado comercializado na cidade de São Luís, Ma. **Arquivos do Instituto de Biologia**, São Paulo, v. 78, n. 1, p. 109–113, 2011.

MILK POINT. **Boas práticas de produção associadas à higiene de ordenha e qualidade do leite - Parte 1**, 2007. Disponível em: <<https://www.milkpoint.com.br/radar-tecnico/qualidade-do-leite/boas-praticas-de-producao-associadas-a-higiene-de-ordenha-e-qualidade-do-leite-parte-1-38549n.aspx>>. Acesso em: 24 maio. 2017a.

MILK POINT. **Boas práticas de produção associadas à higiene de ordenha e qualidade do leite - Parte 2**, 2007. Disponível em: <<https://www.milkpoint.com.br/radar-tecnico/qualidade-do-leite/boas-praticas-de-producao-associadas-a-higiene-de-ordenha-e-qualidade-do-leite-parte-2-38919n.aspx>>. Acesso em: 24 maio. 2017b.

MILK POINT. **Higiene de ordenha e qualidade do leite**, 2009. Disponível em: <<https://www.milkpoint.com.br/radar-tecnico/qualidade-do-leite/higiene-de-ordenha-e-qualidade-do-leite-51892n.aspx>>. Acesso em: 24 maio. 2017.

MILK POINT. **Qualidade do leite cru: associação entre mastite e contagem bacteriana total**, 2014. Disponível em:

<https://www.milkpoint.com.br/mypoint/6239/p_qualidade_do_leite_cru_associacao_entre_mastite_e_contagem_bacteriana_total_5583.aspx>. Acesso em: 14 abr. 2017.

OLIVEIRA, A. D. L. et al. Avaliação das características físico-químicas, microbiológicas e rotulagem de leite pasteurizado comercializado na microrregião de Ubá – Minas Gerais.

Revista do Instituto de Laticínios Cândido Tostes, Juiz de Fora, v. 70, n. 6, p. 301, 2017.

SANTANA, E. H. W. DE; FAGNANI, R. **Legislação Brasileira de Leite e Derivados.**

Londrina: UNOPAR, 2014.

SILVEIRA, M. L. R.; BERTAGNOLLI, S. M. M. Avaliação da qualidade do leite cru comercializado informalmente em feiras livres no município de Santa Maria-RS. **Vigilância Sanitária em Debate**, Santa Maria, v. 2, n. 2, p. 75–80, 2014.

STRECK, E. V. et al. **Solos do Rio Grande do Sul.** 2ª ed. Porto Alegre: EMATER/RS-ASCAR, 2008.

TRONCO, V. M. **Manual para a inspeção da qualidade do leite.** Santa Maria: UFSM, 1997.

VARGAS, D. P. et al. Correlações entre contagem bacteriana total e parâmetros de qualidade do leite. **Revista Brasileira de Ciência Veterinária**, Goiânia, v. 20, n. 4, p. 241–247, 2014.

VIDOR, A. C. M. **Alterações na legislação higiênico-sanitária do leite fluido: uma análise da legislação brasileira frente às legislações internacionais.** 2002. 121 f. Mestrado (Dissertação) - Programa de Pós-Graduação em Agronegócios, Faculdade de Agronomia, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2002.

WANDERLEY, C. H. et al. Avaliação da sensibilidade de métodos analíticos para verificar fraude em leite fluido. **Revista de Ciências da Vida**, Rio de Janeiro, v. 32, n. 2, p. 34–42, 2012.

WIKIPEDIA. **Arroio do Meio**, 2017. Disponível em:

<https://pt.wikipedia.org/wiki/Arroio_do_Meio>. Acesso em: 1 mar. 2017.

ANEXO A - Metodologia de análise físico-química de recepção do leite cru
(CASTANHEIRA, 2012).

PROVA DO ALIZAROL

A. Fundamento da análise:

A solução de alizarol é a mistura de álcool e alizarina, sendo este último um indicador de pH. Neste teste, assim como na prova do álcool, o álcool presente na formulação do alizarol avalia a estabilidade das micelas de caseína. Já a alizarina estima o pH da amostra, através do desenvolvimento da cor amarela-marrom em pH baixo (ácido), e da cor violeta/lilás, auxiliando, assim, a diferenciação entre o desequilíbrio salino e a acidez excessiva. Quanto maior a graduação alcoólica da solução de alizarol, maior será o rigor da análise.

B. Materiais:

- Tubos de ensaio;
- Pipetas graduadas;
- Solução de alizarol – concentração mínima de 72 °GL.

C. Procedimento:

- Misturar partes iguais (1 a 2 mL) da solução de alizarol e de leite fluído em um tubo de ensaio.
- Agitar, e observar o aspecto.

D. Resultado:

- Normal (boa resistência): Aspecto das paredes de tubo de ensaio sem grumos ou com uma ligeira precipitação, com poucos grumos, muito finos. Coloração vermelho-tijolo (róseo-salmão).
- Instável (pouca resistência): Formação de grumos, flocos e coágulos grandes. Coloração entre amarela e marrom ou entre lilás e violeta indicam pH fora da faixa normal do leite.

ACIDEZ TITULÁVEL

A. Fundamento da análise:

A análise baseia-se na titulação dos compostos de carácter ácido com uma solução alcalina de concentração conhecida: hidróxido de sódio 0,111 mol/L (solução Dornic); hidróxido de sódio 0,1 mol/L. A utilização do indicador de pH fenolftaleína determina o término da titulação pela viragem para coloração rósea estável por pelo menos 30 segundos.

B. Materiais:

- Erlenmeyer de 125 mL;
- Bureta de 10 ou 25 mL;
- Pipeta volumétrica de 10 mL;
- Solução de hidróxido de sódio 0,1 mol/L;
- Solução alcoólica de fenolftaleína a 1% (m/v);
- Padrão de cloração: dissolver 0,12 g de rosanilina (fucsina C. I. 42510) p.a. em 50 mL de álcool etílico p.a. contendo 0,5 mL de ácido acético p.a. Completar o volume para 100 mL com álcool etílico p.a. Diluir 1 mL dessa solução para 500 mL com uma mistura de álcool etílico p.a. e água destilada em iguais proporções por volume (solução de trabalho). Ambas as soluções devem ser estocadas em local escuro, em frasco âmbar, tampado com rolhas de borracha. Adicionar 1 mL da solução de trabalho a 10 mL da amostra a ser titulada, agitar bem, e adotar a coloração obtida como referência para o término da titulação.

C. Procedimento:

- Transferir 10 mL da amostra para o erlenmeyer de 125 mL.
- Adicionar 4 a 5 gotas da solução de fenolftaleína a 1% (m/v).
- Titular com solução de hidróxido de sódio 0,1 mol/L, até aparecimento de coloração rósea persistente por aproximadamente 30 segundos.

D. Resultado:

- Acidez (° Dornic) = $V \times f \times 0,9 \times 10$
- Em que:
 - ⇒ V = volume da solução de hidróxido de sódio 0,1 mol/L gasto na titulação, em mL;
 - ⇒ F = fator de correção da solução de hidróxido de sódio 0,1 mol/L;
 - ⇒ 0,9 = fator de conversão de ácido láctico;
 - ⇒ 10 = transformação de volume em mL para graus Dornic.

RECONSTITUINTES DE DENSIDADE – Álcool Etilico**A. Fundamento da análise:**

O álcool etílico, em meio ácido, causa a redução do cromo (de Cr_{+6} , formando composto de cor laranja, a Cr_{+3} , formando composto de cor verde). A presença desta substância pode então ser identificada pela modificação da coloração da solução sulfocrômica (dicromato de potássio em meio ácido).

B. Materiais:

- Bico de Bunsen;
- Kitazato de 500 mL;
- Pipeta graduada de 10 mL;
- Pipeta graduada de 2 mL;
- Pipeta de Pasteur;
- Proveta de 100 mL;
- Rolha de borracha, para vedação da abertura superior do kitazato;
- Tubo de ensaio 20 x 200 mm;
- Tubo de silicone ou látex de 25 cm;
- Solução sulfocrômica.

C. Procedimento:

- Medir 100 mL da amostra e transferir para o kitazato.
- Adicionar 10 mL de antiespumante e misturar bem.
- Transferir para um tubo de ensaio 2 mL da solução sulfocrômica e mergulhar nessa solução a extremidade da pipeta de Pasteur acoplada ao kitazato por um tubo de silicone ou látex, de modo a formar um sistema fechado.
- Aquecer a amostra contida no kitazato, mantendo em fervura por 5 minutos.

D. Resultado:

- Negativo: coloração da solução sulfocrômica se mantém inalterada, ou fica levemente amarelo-acinzentada.
- Positivo: coloração da solução sulfocrômica fica verde.

RECONSTITUINTES DE DENSIDADE – Cloretos**A. Fundamento da análise:**

O nitrato de prata reage com os cloretos, em presença de cromato de potássio como indicador. Teores superiores à concentração normal de cloretos no leite produzem coloração específica no teste.

B. Materiais:

- Pipeta graduada de 1 mL;
- Pipeta graduada de 5 mL;
- Pipeta graduada de 10 mL;
- Tubo de ensaio de 20 x 200 mm;

- Solução de cromato de potássio a 5% (m/v);
 - Solução de nitrato de prata 0,1 mol/L.
- C. Procedimento:
- Em tubo de ensaio colocar 10 mL de leite;
 - Adicionar 0,5 mL de solução de cromato de potássio 5% e 4,5 mL de nitrato de prata 0,1 mol/L.
 - Agitar.
- D. Resultado:
- Negativo: coloração marrom avermelhada (variando de alaranjado escuro ao vermelho-tijolo).
 - Positivo: presença de cloretos em quantidades superiores à faixa normal (0,008 a 0,1%): coloração amarela.

RECONSTITUINTES DE DENSIDADE – Amido

A. Fundamento da análise:

O aquecimento da amostra promove a abertura da cadeia helicoidal da molécula de amido e ocorre então a formação de um composto azul de adsorção de iodo (solução de iodo/iodeto de potássio – lugol), com o desenvolvimento da coloração característica após resfriamento.

B. Materiais:

- Bico de Bunsen;
- Pipeta graduada de 10 mL;
- Tubo de ensaio de 25 mL;
- Conta-gotas;
- Solução de Lugol;
- Pinça para tubo de ensaio;
- Estante para tubo de ensaio.

C. Procedimento:

- Transferir 10 mL de leite para tubo de ensaio.
- Aquecer até ebulição em banho-maria, e deixar por 5 minutos.
- Esfriar em água corrente.
- Adicionar 2 gotas de solução de Lugol.
- Observar a coloração produzida.

D. Resultado:

- Negativo: Ausência de amido – coloração laranja da solução de lugol.
- Positivo: Presença de amido – coloração azul.

NEUTRALIZANTES DE ACIDEZ – Método do Ácido Rosólico**A. Fundamento da análise:**

O ácido rosólico é um indicador de pH que assume coloração vermelha/rosa, em presença de substâncias alcalina.

B. Materiais:

- Pipeta graduada de 5 mL;
- Pipeta graduada de 10 mL;
- Tubo de ensaio;
- Estante para tubos de ensaio;
- Conta-gotas;
- Álcool etílico neutralizado;
- Solução de ácido rosólico a 2% (m/v) em álcool etílico neutralizado.

C. Procedimento:

- Em tubo de ensaio, colocar 5 mL da amostra de leite e adicionar 10 mL de álcool etílico neutralizado.
- Agitar, e adicionar 2 gotas de solução de ácido rosólico a 2% (m/v) em álcool etílico neutralizado.
- Fazer um branco com álcool etílico e solução de ácido rosólico a 2%.
- Comparar as cores.

D. Resultado:

- Negativo: ausência de substância alcalina neutralizante de acidez – coloração alaranjada.
- Positivo: presença de substância alcalina neutralizante de acidez – coloração vermelha-carmim.

NEUTRALIZANTES DE ACIDEZ – Método da Fenolftaleína

A. Fundamento da análise:

A presença de substâncias alcalina é revelada pela ação da fenolftaleína, que é um indicador de pH, após a neutralização com hidróxido de sódio e reacidificação com ácido sulfúrico.

B. Materiais:

- Placa aquecedora;
- Banho de gelo;
- Bureta de 10 mL;
- Erlenmeyer de 125 mL;
- Pipeta volumétrica de 11 mL;
- Pipeta volumétrica de 2 mL;
- Pipeta volumétrica de 1 mL;
- Solução alcoólica de fenolftaleína a 1% (m/v);
- Solução de ácido sulfúrico 0,025 N;
- Solução de hidróxido de sódio 0,1 mol/L.

C. Procedimento:

- Transferir 11 mL da amostra para erlenmeyer de 125 mL.
- Adicionar 5 gotas de solução alcoólica de fenolftaleína a 1% (m/v).
- Titular com solução de hidróxido de sódio 0,1 mol/L até coloração rósea persistente.
- Reacidificar com 1 mL de solução de ácido sulfúrico 0,025 N.
- Aquecer até ebulição, e esfriar rapidamente em banho de gelo.
- Adicionar 2 mL de solução alcoólica de fenolftaleína a 1%.

D. Resultado:

- Positivo: coloração rósea indica neutralização com carbonato de sódio ou com bicarbonato de sódio.

CONSERVADORES – Peróxido de Sódio

A. Fundamento da análise:

A peroxidase, enzima natural do leite, age sobre o peróxido de hidrogênio, liberando oxigênio, permitindo a reação com o guaiacol. Este é modificado da forma leuco para sua forma corada, e a reação é percebida pelo desenvolvimento da coloração salmão. O teor de peroxidase é mais alto no leite cru, contribuindo para sensibilidade do teste.

B. Materiais:

- Banho-maria;
- Pipeta graduada de 2 mL;
- Pipeta graduada de 10 mL;
- Tubo de ensaio;
- Estante para tubos de ensaio;
- Solução hidroalcoólica de guaiacol a 1% (v/v).

C. Procedimento:

- Transferir 10 mL da amostra para tubo de ensaio, e aquecer em banho-maria até 35°C.
- Adicionar 2 mL da solução hidroalcoólica de guaiacol a 1% e 2 mL de leite cru.
- Agitar.

D. Resultado:

- Positivo: desenvolvimento de coloração salmão.

CONSERVADORES – Cloro e Hipoclorito**A. Fundamento da análise:**

Fundamenta-se na formação de iodo livre, a partir do iodeto de potássio, pela ação do cloro livre ou hipoclorito.

B. Materiais:

- Banho-maria;
- Pipeta graduada de 1 mL;
- Pipeta graduada de 5 mL;
- Tubo de ensaio de 20 x 200 mm;
- Solução de ácido acético ou solução de ácido clorídrico, ambas na concentração (1+2);
- Solução de amido a 1 % (m/v);
- Solução de iodeto de potássio a 7,5 % (m/v).

C. Procedimento Resultados:

- Em tubo de ensaio, colocar 5 mL de leite e adicionar 0,5 mL de solução de iodeto de potássio a 7,5 % (m/v).
- Agitar. Na presença de cloro livre, aparecerá coloração amarela. Se necessário, confirmar pela adição de 1 mL de solução de amido a 1% (m/v), que desenvolverá coloração azul violeta, em caso de resultado positivo.

- Se não houver mudança de coloração, pesquisar a presença de hipocloritos, adicionando ao mesmo tubo 4 mL de solução de ácido acético (1+2) ou ácido clorídrico (1+2) e colocando em banho-maria a 80°C com 10 minutos (não ultrapassar 80°C).
- Esfriar em água corrente. O aparecimento de coloração amarela indica a presença de hipocloritos.
- Confirmar, se necessário, pela adição de gotas de solução de amido a 1%, que desenvolverá coloração azul ou violeta em caso de resultado positivo.

SORO DO LEITE

As metodologias para determinação de fraude de leite pela adição de soro de leite, é através da pesquisa de CMP (caseino-glicomacropéptido), através de HPLC, Eletroforese Capilar e Espectrometria de Massas, que permitem diferenciar o CMP proveniente do soro do queijo (adição fraudulenta) e outras frações de proteínas provenientes de proteólise bacteriana.

Estas metodologias caracterizam-se por sua complexidade na execução da análise e pelo alto custo dos equipamentos e reagente envolvidos, tornado de difícil acesso à maioria das indústrias de laticínios, e as indústrias que realizam este tipo de análise, mantêm em sigilo sua metodologia.

DENSIDADE A 15°C

A. Fundamento da análise:

A imersão de um densímetro de massa constante, o termolactodensímetro, provocará deslocamento de uma quantidade de amostra que será, em massa, igual à do densímetro utilizado e, em volume, proporcional à densidade da amostra. Este deslocamento fará o líquido alcançar um valor na escala graduada em graus densitométricos. O instrumento é provido de termômetro, permitindo a leitura simultânea da temperatura.

B. Materiais:

- Proveta de 500 mL ou de 1.000 mL;
- Papel toalha absorvente;
- Termolactodensímetro.

C. Procedimento e Resultado:

- Transferir para uma proveta, um volume compatível com sua capacidade, de forma que a posição do termolactodensímetro facilite a leitura: aproximadamente 500 mL para

uma proveta com capacidade de 500 mL, ou 1.000 mL, para uma proveta com capacidade para 1 L. Evitar incorporação de ar e formação de espuma.

- Introduzir o termolactodensímetro perfeitamente limpo e seco na amostra e deixar flutuar, sem que o mesmo encoste na parede da proveta.

Tabela 7. Tabela de conversão de densidade do leite, correspondente a 15°C.

		DENSIDADE - LEITURA NO TERMOLACTODENSÍMETRO																		
		17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	
1°	14,2	15,2	16,2	17,2	18,2	19,2	20,2	21,2	22,2	23,2	24,2	25,2	26,2	27,2	28,2	29,2	30,2	31,2	31,2	1°
2°	14,4	15,4	16,4	17,4	18,4	19,4	20,4	21,4	22,4	23,4	24,4	25,4	26,4	27,4	28,4	29,4	30,4	31,4	31,4	2°
3°	14,6	15,6	16,6	17,6	18,6	19,6	20,6	21,6	22,6	23,6	24,6	25,6	26,6	27,6	28,6	29,6	30,6	31,6	31,6	3°
4°	14,8	15,8	16,8	17,8	18,8	19,8	20,8	21,8	22,8	23,8	24,8	25,8	26,8	27,8	28,8	29,8	30,8	31,8	31,8	4°
5°	15,0	16,0	17,0	18,0	19,0	20,0	21,0	22,0	23,0	24,0	25,0	26,0	27,0	28,0	29,0	30,0	31,0	32,0	32,0	5°
6°	15,2	16,2	17,2	18,2	19,2	20,2	21,2	22,2	23,2	24,2	25,2	26,2	27,2	28,2	29,2	30,2	31,2	32,2	32,2	6°
7°	15,4	16,4	17,4	18,4	19,4	20,4	21,4	22,4	23,4	24,4	25,4	26,4	27,4	28,4	29,4	30,4	31,4	32,4	32,4	7°
8°	15,6	16,6	17,6	18,6	19,6	20,6	21,6	22,6	23,6	24,6	25,6	26,6	27,6	28,6	29,6	30,6	31,6	32,6	32,6	8°
9°	15,8	16,8	17,8	18,8	19,8	20,8	21,8	22,8	23,8	24,8	25,8	26,8	27,8	28,8	29,8	30,8	31,8	32,8	32,8	9°
10°	16,0	17,0	18,0	19,0	20,0	21,0	22,0	23,0	24,0	25,0	26,0	27,0	28,0	29,0	30,0	31,0	32,0	33,0	33,0	10°
11°	16,2	17,2	18,2	19,2	20,2	21,2	22,2	23,2	24,2	25,2	26,2	27,2	28,2	29,2	30,2	31,2	32,2	33,2	33,2	11°
12°	16,4	17,4	18,4	19,4	20,4	21,4	22,4	23,4	24,4	25,4	26,4	27,4	28,4	29,4	30,4	31,4	32,4	33,4	33,4	12°
13°	16,6	17,6	18,6	19,6	20,6	21,6	22,6	23,6	24,6	25,6	26,6	27,6	28,6	29,6	30,6	31,6	32,6	33,6	33,6	13°
14°	16,8	17,8	18,8	19,8	20,8	21,8	22,8	23,8	24,8	25,8	26,8	27,8	28,8	29,8	30,8	31,8	32,8	33,8	33,8	14°
15°	17,0	18,0	19,0	20,0	21,0	22,0	23,0	24,0	25,0	26,0	27,0	28,0	29,0	30,0	31,0	32,0	33,0	34,0	34,0	15°
16°	17,2	18,2	19,2	20,2	21,2	22,2	23,2	24,2	25,2	26,2	27,2	28,2	29,2	30,2	31,2	32,2	33,2	34,2	34,2	16°
17°	17,4	18,4	19,4	20,4	21,4	22,4	23,4	24,4	25,4	26,4	27,4	28,4	29,4	30,4	31,4	32,4	33,4	34,4	34,4	17°
18°	17,6	18,6	19,6	20,6	21,6	22,6	23,6	24,6	25,6	26,6	27,6	28,6	29,6	30,6	31,6	32,6	33,6	34,6	34,6	18°
19°	17,8	18,8	19,8	20,8	21,8	22,8	23,8	24,8	25,8	26,8	27,8	28,8	29,8	30,8	31,8	32,8	33,8	34,8	34,8	19°
20°	18,0	19,0	20,0	21,0	22,0	23,0	24,0	25,0	26,0	27,0	28,0	29,0	30,0	31,0	32,0	33,0	34,0	35,0	35,0	20°
21°	18,2	19,2	20,2	21,2	22,2	23,2	24,2	25,2	26,2	27,2	28,2	29,2	30,2	31,2	32,2	33,2	34,2	35,2	35,2	21°
22°	18,4	19,4	20,4	21,4	22,4	23,4	24,4	25,4	26,4	27,4	28,4	29,4	30,4	31,4	32,4	33,4	34,4	35,4	35,4	22°
23°	18,6	19,6	20,6	21,6	22,6	23,6	24,6	25,6	26,6	27,6	28,6	29,6	30,6	31,6	32,6	33,6	34,6	35,6	35,6	23°
24°	18,8	19,8	20,8	21,8	22,8	23,8	24,8	25,8	26,8	27,8	28,8	29,8	30,8	31,8	32,8	33,8	34,8	35,8	35,8	24°
25°	19,0	20,0	21,0	22,0	23,0	24,0	25,0	26,0	27,0	28,0	29,0	30,0	31,0	32,0	33,0	34,0	35,0	36,0	36,0	25°
26°	19,2	20,2	21,2	22,2	23,2	24,2	25,2	26,2	27,2	28,2	29,2	30,2	31,2	32,2	33,2	34,2	35,2	36,2	36,2	26°
27°	19,4	20,4	21,4	22,4	23,4	24,4	25,4	26,4	27,4	28,4	29,4	30,4	31,4	32,4	33,4	34,4	35,4	36,4	36,4	27°
28°	19,6	20,6	21,6	22,6	23,6	24,6	25,6	26,6	27,6	28,6	29,6	30,6	31,6	32,6	33,6	34,6	35,6	36,6	36,6	28°
29°	19,8	20,8	21,8	22,8	23,8	24,8	25,8	26,8	27,8	28,8	29,8	30,8	31,8	32,8	33,8	34,8	35,8	36,8	36,8	29°
30°	20,1	21,1	22,1	23,1	24,1	25,1	26,1	27,1	28,1	29,1	30,1	31,1	32,1	33,1	34,1	35,1	36,1	37,1	37,1	30°
31°	20,4	21,4	22,4	23,4	24,4	25,4	26,4	27,4	28,4	29,4	30,4	31,4	32,4	33,4	34,4	35,4	36,4	37,4	37,4	31°
32°	20,7	21,7	22,7	23,7	24,7	25,7	26,7	27,7	28,7	29,7	30,7	31,7	32,7	33,7	34,7	35,7	36,7	37,7	37,7	32°
33°	21,0	22,0	23,0	24,0	25,0	26,0	27,0	28,0	29,0	30,0	31,0	32,0	33,0	34,0	35,0	36,0	37,0	38,0	38,0	33°
34°	21,3	22,3	23,3	24,3	25,3	26,3	27,3	28,3	29,3	30,3	31,3	32,3	33,3	34,3	35,3	36,3	37,3	38,3	38,3	34°
35°	21,6	22,6	23,6	24,6	25,6	26,6	27,6	28,6	29,6	30,6	31,6	32,6	33,6	34,6	35,6	36,6	37,6	38,6	38,6	35°
		17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33	34	
		DENSIDADE - LEITURA NO TERMOLACTODENSÍMETRO																		

- Observar a densidade aproximada; erguer cuidadosamente o termolactodensímetro e enxugar sua haste com papel absorvente, retornando o instrumento à posição anteriormente observada.
- Deixar em repouso por 1 a 2 minutos e fazer a leitura da densidade na cúspide do menisco.
- Observar temperatura e densidade lidas no instrumento e, então correlacioná-las na tabela de conversão (Tabela 8), para obter a densidade real do leite, ou seja, correspondente a 15°C.

CRIOSCOPIA

A. Fundamento da análise:

O super congelamento de uma amostra de leite, a uma temperatura apropriada, e a aplicação de uma agitação mecânica, ocasionam um rápido aumento de temperatura até um patamar que corresponda ao ponto de congelamento da amostra.

B. Materiais:

- Crioscópio eletrônico;
- Pipeta graduada de 5 mL;
- Tubo de crioscopia;
- Soluções padrão para calibração – soluções com ponto de congelamento conhecido;
- Solução anticongelante.

C. Procedimento:

- Seguir rigorosamente as recomendações do fabricante quanto à instalação, à calibração, à operação, à manutenção e às verificações do crioscópio.
- Seguir as instruções para a conservação das soluções de verificação do equipamento, bem como para a solução anticongelante.
- Realizar calibração com os padrões na mesma temperatura das amostras;
- Transferir o volume de amostra recomendado (geralmente cerca de 2,5 mL) para tubo de crioscopia e inseri-lo no aparelho.
- Abaixar o cabeçote ou acionar o botão de leitura, e aguardar até informação do PC (ponto de congelamento) no display do equipamento.
- Limpar cuidadosamente, após cada leitura, o sensor e o agitador, com água destilada e secar delicadamente com papel absorvente fino.

- Efetuar três determinações para cada amostra em 3 tubos distintos. Os valores deverão ser próximos, com tolerância de $\pm 0,002$ °H (2 miligraus Hortvet) de diferença entre eles.

D. Resultado:

- Verificar o valor indicado pelo crioscópio.

GORDURA – Método Butirométrico

A. Fundamento da análise:

Baseia-se na separação e quantificação da gordura, por meio do tratamento da amostra com ácido sulfúrico e álcool isoamílico. O ácido dissolve as proteínas que se encontram ligadas à gordura, diminuindo a viscosidade do meio, aumentando a densidade da fase aquosa e fundindo a gordura, devido à liberação de calor proveniente da reação, o que favorece a separação da gordura pelo extrator (álcool amílico). A leitura é feita na escala do butirômetro, após centrifugação e imersão em banho-maria.

B. Materiais:

- Banho-maria;
- Centrífuga de Gerber;
- Butirômetro de Gerber para leite, com rolhas;
- Dosadores 1 mL e 10 mL (recomenda-se utilizar bico de papagaio ou dispensadores automáticos);
- Pipeta volumétrica de 11 mL;
- Solução de ácido sulfúrico $d(20^{\circ}\text{C}) = 1820$ a 1825 g/L;
- Álcool isoamílico $d(20^{\circ}\text{C}) = 811$ g/L.

C. Procedimento:

- Adicionar a um butirômetro, 10 mL da solução de ácido sulfúrico.
- Transferir 11 mL de leite (garantir a uniformidade da amostra) para o butirômetro lentamente e pela parede deste, para evitar sua mistura com o ácido.
- Acrescentar 1 mL de álcool isoamílico.
- Limpar as bordas do butirômetro com papel filtro e fechar com rolha apropriada.
- Envolver o butirômetro em um pano, colocando o bulbo maior na palma da mão, de forma tal que o dedo polegar exerça pressão sobre a tampa, impedindo sua projeção.

- Agitar o butirômetro, de modo a promover a mistura completa dos líquidos no interior do aparelho, tomando precauções para evitar acidente e mantendo o polegar sobre a tampa.
- Centrifugar durante 5 minutos de 1.000 a 1.200 rpm, e transferir para banho maria a 65°C por 5 minutos.
- Repetir as operações de centrifugação e de aquecimento.

D. Resultado:

- Ler a porcentagem de gordura, em % (m/v), diretamente na escala da vidraria, imediatamente após retirá-la do banho-maria. Se a coluna não estiver bem delineada, misturar novamente o conteúdo da vidraria, e repetir os procedimentos de centrifugação e aquecimento, antes da nova leitura.

EXTRATO SECO TOTAL (EST)

A. Fundamento da análise:

Método indireto de determinação, utilizando instrumentos apropriados que permite determinar o teor de extrato seco total por meio de valores de densidade e do teor de gordura.

B. Procedimento e Resultado:

- $\% \text{ extrato seco} = \frac{G}{5} + \frac{D}{4} + G + 0,26$
 \Rightarrow D: densidade em g/L, omitindo-se os dois primeiros algarismos
 \Rightarrow G: % gordura

pH

A. Fundamento da análise:

Medição Eletrométrica da atividade iônica do hidrogênio (H⁺) em meio aquoso, utilizando o eletrodo padrão. O eletrodo utilizado mede a diferença de potencial entre ele e a solução testada, sendo essa diferença convertida em unidades de pH.

B. Materiais:

- pHmetro;
- Béqueres de 100 mL;
- Solução tampão pH 4,0;
- Solução tampão pH 7,0.

C. Procedimento:

- Seguir as instruções do fabricante na calibração, operação e manutenção do pHmetro;

- Proceder à calibração do pHmetro com as soluções tampão pH 4,0 e 7,0, preferencialmente na temperatura em que serão executadas as leituras.
- Transferir, aproximadamente, 50 mL de amostra em um béquer de 100 mL.
- Inserir o eletrodo na amostra, preferencialmente a 25°C, para realizar a medição do pH. A compensação de temperatura pode ser feita com termocompensador.

D. Resultado:

- Leitura indicada no display do equipamento, em unidade de pH, a 25°C.

AValiação de Eficiência de Tratamento Térmico – Fosfatase Alcalina e Peroxidase

A análise é realizada de forma rápida e eficiente através de tiras que fornecem o resultado qualitativo, presença ou ausência, da enzima fosfatase alcalina ou peroxidase, onde há tiras específicas para a detecção de cada uma das análises.

PESQUISA DE SACAROSE EM LEITE

A. Fundamento da análise:

A resorcina, em meio ácido, condensa-se com as aldoses, originando composto de coloração rósea.

B. Materiais:

- Tubo de ensaio de 50 mL;
- Pipeta graduada de 10 mL;
- Espátula de inox;
- Banho-maria;
- Ácido clorídrico concentrado;
- Resorcina.

C. Procedimento:

- Transferir 10 mL de leite para tubo de ensaio.
- Adicionar 1 mL de ácido clorídrico concentrado e 0,1 g de resorcina.
- Agitar e aquecer em banho-maria fervente, por 5 minutos.

D. Resultado:

- Negativo: ausência de sacarose – coloração não se altera;
- Positivo: presença de sacarose – desenvolvimento de coloração rósea imediata.

PESQUISA DE RESÍDUOS DE ANTIBIÓTICOS EM LEITE

Este teste é realizado com o aparelho Twinsensor BT da Cap-Lab, que contém tiras descartáveis reativas a Betalactâmicos e Tetraciclina. O teste é apenas qualitativo.

ANEXO B - Metodologia de análise físico-química de creme de leite (CASTANHEIRA, 2012).

ACIDEZ TITULÁVEL

A. Fundamento da análise:

Consiste na titulação de determinada massa da amostra por uma solução alcalina de concentração conhecida, utilizando fenolftaleína como indicador.

B. Materiais:

- Balança analítica;
- Bastão de vidro;
- Erlenmeyer de 125 mL, preferencialmente de boca larga;
- Bureta de 10 mL;
- Proveta de 50 mL;
- Conta-gotas;
- Pipeta para creme ou espátula;
- Solução de hidróxido de sódio 0,1 mol/L;
- Solução alcoólica de fenolftaleína a 1% (m/v).

C. Procedimento:

- Pesar, em erlenmeyer de 125 mL, 10 g de amostra, adicionar 50 mL de água destilada, isenta de gás carbônico, e misturar.
- Adicionar 10 gotas da solução alcoólica de fenolftaleína a 1% (m/v).
- Titular com solução de hidróxido de sódio 0,1 mol/L, até aparecimento de coloração rósea persistente, por aproximadamente 30 segundos.

D. Resultado:

- % de Ácido Lático = $V * f * \frac{0,9}{m}$

⇒ V: volume da solução de hidróxido de sódio 0,1 mol/L gasto na titulação, em mL;

⇒ f: fator de correção da solução de hidróxido de sódio 0,1 mol/L;

⇒ 0,9: fator de conversão de ácido láctico;

⇒ m: massa da amostra, em gramas.

GORDURA – Em butirômetro específico para creme

A. Fundamento da análise:

Ver fundamento da análise de Gordura do anexo A.

B. Materiais:

- Banho-maria;
- Centrífuga de Gerber;
- Butirômetro de Köhler;
- Dosadores 1 e 10 mL;
- Seringa de aço inox Gerber ou similar de 5 mL;
- Solução de ácido sulfúrico $d(20^{\circ}\text{C}) = 1820$ a 1825 g/L;
- Álcool isoamílico $d(20^{\circ}\text{C}) = 811$ g/L.

C. Procedimento:

- Transferir, com seringa de Gerber ou similar, 5 mL da amostra homogeneizada para butirômetro de Köhler, contendo 10 mL de solução de ácido sulfúrico de densidade 1820 a 1825 g/L.
- Com a mesma seringa, transferir 5 mL de água destilada a $70-80^{\circ}\text{C}$ para o mesmo butirômetro.
- Acrescentar 1 mL de álcool isoamílico, tampar o butirômetro, e agitar vigorosamente.
- Centrifugar durante 5 minutos a 1.200 rpm, e manter em banho-maria, a 65°C por 10 minutos.

D. Resultado:

- Ler a porcentagem de gordura (% m/v) diretamente na escala da vidraria, imediatamente após retirá-la do banho-maria.

ANEXO C - Metodologia de análise físico-química de leite em pó integral

(CASTANHEIRA, 2012).

GORDURA – Método butirométrico

A. Fundamento da análise:

Ver fundamento da análise, no Anexo A, em GORDURA – Método Butirométrico.

B. Materiais:

- Banho-maria;
- Balança analítica;
- Centrífuga de Gerber;
- Butirômetro de Teichert com rolhas;
- Dosadores de 1 e 10 mL;
- Pipeta graduada de 10 mL;
- Espátula de aço inox tipo canaleta, bem fina, para facilitar a pesagem;
- Béquer de 500 mL;
- Solução de ácido sulfúrico $d(20^{\circ}\text{C}) = 1820$ a 1825 g/L;
- Álcool isoamílico $d(20^{\circ}\text{C}) = 811$ g/L.

C. Procedimento:

- Adicionar 10 mL de solução de ácido sulfúrico no butirômetro, sem molhar o seu gargalo.
- Adicionar lentamente cerca de 10 mL de água destilada, de forma muito cuidadosa, de preferência com o butirômetro encaixado em uma estante própria. Aguardar o esfriamento do frasco, antes de prosseguir.
- Pesar direta e exatamente no butirômetro 2,5 g da amostra.
- Acrescentar 1 mL de álcool isoamílico.
- Fechar o butirômetro e imediatamente agitar com vigor.
- Colocar o butirômetro no banho-maria por 10 minutos.
- Centrifugar por 10 minutos a 1.200 rpm.
- Retornar o butirômetro ao banho-maria por mais 10 minutos, com a rolha para baixo.
- Repetir as operações de centrifugação e aquecimento.

D. Resultado:

- Ler a porcentagem (m/m) de gordura, diretamente na escala da vidraria, imediatamente após retirá-la do banho-maria. Se a coluna não estiver bem delineada, misturar

novamente o conteúdo do butirômetro e repetir os procedimentos de centrifugação e aquecimento antes da nova leitura.

UMIDADE

A análise de umidade das amostras de leite em pó é realizada em uma balança determinadora de umidade, na qual se insere uma amostra de peso conhecido no aparelho. O mesmo fornece calor de forma rápida e eficiente, através de radiação infravermelha, levando em média de três minutos para a determinação de umidade de uma amostra. O resultado é fornecido no display do aparelho.

EXTRATO SECO TOTAL (SÓLIDOS TOTAIS)

- % sólidos totais = 100 - % umidade e voláteis

EXTRATO SECO DESENGORDURADO (ESD)

Obtém-se a porcentagem de extrato seco desengordurado subtraindo a porcentagem de gordura da porcentagem de extrato seco total da amostra.

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

ACIDEZ TITULÁVEL

A. Fundamento da análise:

Consiste na titulação de determinada massa de amostra reconstituída, correspondente a 10 g de sólidos não gordurosos (SNG) por uma solução alcalina de concentração conhecida, utilizando como indicador a fenolftaleína.

B. Materiais:

- Balança analítica;
- Agitador magnético com barra magnética;
- Bureta de 10 mL;
- Erlenmeyer de 125 mL;
- Espátula;
- Proveta de 50 mL;
- Solução hidroalcoólica de fenolftaleína a 2% (m/v);
- Solução de hidróxido de sódio 0,1 mol/L;
- Solução de referência de cor: solução de cobalto heptahidratado a 3 % (m/v).

C. Procedimento:

- Analisar previamente os teores de gordura e umidade.
- Somar ambos os valores (ter percentual de gordura e teor percentual de umidade) e subtraís por 100. Dividir 500 pelo resultado da subtração anterior.

Exemplo:

$$26\% \text{ de gordura} + 2,5\% \text{ de umidade} = 28,5$$

$$100 - 28,5 = 71,5$$

$$500 \div 71,5 = 6,993$$

- Pesar a alíquota da amostra sob análise diretamente no erlenmeyer, de acordo com o resultado encontrado no último cálculo. No caso do exemplo anterior, deverão ser pesados 6,993 g de amostra.
- Reconstituir em duplicata a amostra com 50 mL de água, agitar vigorosamente e deixar em repouso por 20 minutos.
- Adicionar a um dos erlenmeyer 2 mL da solução de referência de cor e agitar ligeiramente, de modo a obter um padrão de cor, o qual poderá ser usado por um período de 2 horas.
- Adicionar 2 mL da solução hidroalcoólica de fenolftaleína a 2% (m/v) ao outro erlenmeyer, misturando com ligeira agitação.
- Titular o conteúdo do segundo erlenmeyer, sob agitação, com a solução de hidróxido de sódio 0,1 mol/L, até o surgimento de uma coloração rósea persistente.

D. Resultado:

- $AT/10g \text{ SNG} = 2 \times V \times f$
 $\Rightarrow AT/10g \text{ SNG}$: Acidez titulável, em mL, de solução de NaOH 0,1 mol/L por 10g de sólidos não gordurosos;
 $\Rightarrow V$: volume de solução de hidróxido de sódio 0,1 mol/L gasto na titulação, em mL;
 $\Rightarrow f$: fator de correção da solução de hidróxido de sódio 0,1 mol/L.

ÍNDICE DE SOLUBILIDADE

A. Fundamento da análise:

Fundamenta-se na determinação do volume, em mililitros, de sedimento (resíduo insolúvel), obtido quando um leite em pó ou produto lácteo em pó é reconstituído e centrifugado, em condições padronizadas.

B. Materiais:

- Balança analítica;
- Banho-maria;
- Centrífuga, carregamento vertical, que produza 160g (gravidades) de aceleração no fundo do tubo, mantendo a temperatura a 20-25°C;
- Misturador elétrico com 16 lâminas em ângulo de 30°, distância entre lâminas de 8,73 mm, distância das lâminas ao fundo do copo de 10 mm, alcance de frequência rotacional de 3.600 rpm em menos de 5 segundos, equipado ou não com cronômetro;
- Bastão de vidro de 150 a 200 mm de comprimento;
- Espátula;
- Fonde de luz;
- Lente de aumento;
- Papel manteiga 140 x 140 mm para pesagem da amostra;
- Papel toalha;
- Proveta de 100 mL;
- Seringas de vidro ou plástico de 30 e 50 mL, com agulha longa;
- Termômetro;
- Tubos de centrifuga de 135 mm de comprimento, de vidro, cônicos, graduados, com divisões de 0,1 mL entre marcas de 0,1 e de 1,0 mL e 0,2 mL entre as marcas de 1,0 e de 2,0 mL, com volume total de 50 mL;
- Antiespumante à base de 30% de silicone.

C. Procedimento:

- Preparar a jarra do misturador, mantendo-a em banho-maria por tempo suficiente para atingir a temperatura de 24°C, para produtos processados por sistema spray ou 50°C para produtos processados por sistema roller, com nível da água próximo ao topo da jarra.
- Imediatamente antes do seu uso, retirá-la do banho-maria, enxugando rapidamente com papel toalha (na prática, e para o caso de se trabalhar com pó elaborado por spray, essa operação será desnecessária, se a temperatura da sala onde se encontrarem estocadas as jarras estiver em torno de 24°C).
- Manter a amostra em frasco a uma temperatura de 20 a 25°C, por 48 horas. Misturar bem, invertendo o frasco contendo a amostra. No caso de leite em pó instantâneo, misturar cuidadosamente para evitar diminuição do tamanho da partícula.

- Pesar, usando papel manteiga, dobrado duas vezes e reabrir sobre o prato da balança, seguindo as seguintes orientações:
 - ⇒ Leite em pó integral, leite em pó parcialmente desnatado e alimentos infantis: 13,0g;
 - ⇒ Leite em pó desnatado ou leitelho em pó: 10,0g;
 - ⇒ Soro de leite em pó: 7,0g.
- Transferir 100 mL de água a 24 ou 50°C para a jarra do misturador e acrescentar 3 gotas de antiespumante.
- Transferir a amostra previamente pesada para a jarra, de modo que toda a alíquota caia sobre a superfície da água.
- Misturar por 90 segundos a 3.600 rpm, e deixar a farra em repouso por não menos do que 5 minutos e por não mais do que 15 minutos.
- Adicionar mais 3 gotas de antiespumante, misturar cuidadosamente com uma espátula por 10 segundos e transferir imediatamente para um tubo de centrifuga, até a marca de 50 mL.
- Centrifugar de modo a obter 160 g (gravidade) durante 5 minutos, em temperatura de 20 a 25°C.
- Retirar o tubo e descartar a camada de gordura com uma espátula.
- Colocar o tubo em posição vertical e remover o sobrenadante até a marca de 15 mL para produtos processados pelo sistema roller ou 10 mL para produtos processados pelo sistema spray com o auxílio de uma seringa, sem causar qualquer distúrbio ao sedimento.
- Adicionar água a 24 ou a 50 °C até a marca de 30 mL e dispersar o sedimento com um bastão de vidro.
- Encostar o bastão na parede interna do tubo ao retirá-lo, e acrescentar mais água até a marca de 50 mL.
- Tampar o tubo com rolha de borracha e invertê-lo lentamente por 5 vezes.
- Remover a tampa e centrifugar, de modo a obter 160 g (gravidades), durante 5 minutos, em temperatura de 20 a 25°C.
- Durante a centrifugação, a escala graduada do tubo deverá estar voltada para um dos lados, e não para cima ou para baixo.
- Remover o tubo, colocá-lo em posição vertical contra a fonte de luz, e fazer a leitura do volume de sedimento com auxílio de uma lente de aumento, se necessário.

D. Resultado:

- Expressar os resultados como o volume de sedimento lido na escala do tubo e a temperatura do procedimento

Exemplo: 0,2 mL / 24°C

DISPERSABILIDADE

A. Fundamento da análise:

Uma porção da amostra, com teor de umidade conhecido, é uniformemente espalhada na superfície da água a 25°C; a mistura é agitada manualmente por um curto período de tempo e parte da mistura é filtrada através de uma peneira, determinando-se o teor de sólidos totais do líquido recolhido após a filtração.

B. Materiais:

- Balança analítica;
- Balança semi-analítica;
- Cronômetro;
- Béquer (com bico) de 600 mL, diâmetro externo 90 ± 2 mm e altura média de 126 ± 3 mm, graduado a 150 e 250 mL, com borda formando um plano horizontal paralelo a base;
- Erlenmeyer, com tampa, de 250 mL;
- Espátula com formato de colher;
- Espátula de aço inoxidável com 1 mm de espessura, comprimento total de 250 mm, comprimento da lâmina de 135 mm e largura da lâmina de 25 mm;
- Frasco com tampa que permita vedação hermética e com capacidade duas vezes superior ao volume da amostra;
- Funil de vidro;
- Papel toalha;
- Peneira com diâmetro de 200 mm e malha metálica com abertura de 150 μ m com bandeja;
- Pincel de pelos;
- Placa de vidro com 120 x 120 mm de lado e 2,5 mm de espessura, com bordas esmerilhadas;
- Suporte para tubos de vidro com base metálica;
- Termômetro;

- Tubo de vidro com comprimento de 65 mm, diâmetro externo de $80 \pm 1,8$ mm, espessura da parede de $2,5 \pm 0,3$ mm, sem fundo, com extremidades esmerilhadas paralelas, formando ângulos retos com o eixo longitudinal.

C. Procedimento:

- Transferir, cuidadosamente, uma porção de leite em pó instantâneo para um frasco com tampa hermética e com capacidade 2 vezes superior ao volume dessa amostra.
- Misturar, cuidadosa e totalmente, a amostra por inversão e rotação do frasco. A amostra deverá permanecer à temperatura do laboratório, por no mínimo 48 horas.
- Paralelamente, determinar o teor de sólidos totais na amostra.
- A partir deste ponto, o teste deverá ser realizado em duplicata. Pesar uma alíquota de $26 \pm 0,1$ g de leite em pó desnatado instantâneo, ou $34 \pm 0,1$ g de leite em pó integral instantâneo.
- Pesar $250 \pm 0,1$ g de água destilada a $25 \pm 1^\circ\text{C}$ em um béquer de 600 mL, tendo o cuidado para que a parte interna do béquer, acima do nível da água, permaneça seca.
- Colocar o béquer na base do suporte do tubo de vidro.
- Colocar a placa de vidro centralizada sobre o béquer, e instalar o tubo de vidro sobre a placa fixando-o com um gancho, de tal forma, que fique centralizado sobre o béquer e que deixe a placa de vidro livre o suficiente para ser retirada.
- Transferir, quantitativamente, a porção pesada da amostra para o tubo de vidro, usando a escova, se necessário, e distribuir a amostra uniformemente sobre a placa de vidro com a ajuda da espátula.
- Acionar o cronômetro e, após exatamente 1 minuto, retirar a placa de vidro com uma das mãos, segurando o béquer com a outra, de modo que a amostra caia progressivamente sobre a superfície da água contida no béquer. A retirada da placa deve ser conduzida através de movimento contínuo e suave, sendo concluída dentro de aproximadamente 2,5 segundos.
- Remover imediatamente o béquer de debaixo do tubo e, quando o cronômetro indicar 5 segundos, inserir a espátula no béquer até tocar o fundo. Durante os próximos 5 segundos, agitar o conteúdo do béquer com a espátula, fazendo um movimento completo por segundo, isto é, levando a espátula de um ponto ao outro diametralmente oposto e retornando à posição inicial. A extremidade da espátula deverá estar sempre tocando o fundo do béquer. Incliná-la ligeiramente ao final de cada metade do seu movimento completo, para minimizar o acúmulo de leite em pó não umedecido junto à

parede do béquer. Sem interrupção, continuar a agitação por mais 15 segundos, da mesma maneira, deixando a espátula sempre na posição vertical. No mesmo tempo em que estiver sendo feito o movimento com a espátula, o béquer deverá ser girado aos poucos, de forma que, ao final dos 20 segundos de tempo total de agitação da amostra na água, o béquer desenvolva um giro de 360 °C.

- Concluída a agitação, deixar o conteúdo do béquer em repouso por 30 segundos, ou seja, até que o cronômetro atinja 55 segundos.
- Em seguida, sem produzir qualquer distúrbio no sedimento, acionar novamente o cronômetro e verter na peneira, da maneira mais uniforme possível, a camada superior do líquido, até que este atinja a marca de 150 mL. Debaxo da peneira deve estar adaptado um frasco receptor. O conjunto peneira/receptor não deverá ser inclinado ou movido durante a filtração. Para facilitar a passagem do líquido durante a filtração, a peneira deverá ser umedecida com água antes do seu uso, retirando-se o excesso de água com um papel toalha. As superfícies superior e inferior da malha metálica deverão ser apenas superficialmente enxutas, ao passo que o frasco receptor deverá permanecer limpo e seco antes do seu uso. Trinta segundos após o início da operação de filtração através da peneira, transferir, tão completamente quanto possível, o conteúdo do frasco receptor para um erlenmeyer, com auxílio de um funil, fechando-o imediatamente.
- Misturar completamente o líquido no frasco, mediante repetidas inversões deste último.
- Determinar, neste material, o teor de sólidos totais, também em duplicata, calculando então a média das duas determinações.

D. Resultado:

- Calcular o valor de cada duplicata da determinação da dispersibilidade, em porcentagem, usando a seguinte fórmula:

⇒ Leite em pó desnatado instantâneo:

$$D = \frac{S * 962}{100 - (U + S)}$$

⇒ Leite em pó integral instantâneo:

$$D = \frac{S * 735}{100 - (U + S)}$$

Onde:

⇒ S: % de sólidos totais do líquido obtido na filtração, (m/m);

⇒ U: % de umidade, (m/m).

PARTÍCULAS QUEIMADAS

A. Fundamento da análise:

Fundamenta-se na reconstituição da amostra, sua posterior filtração por discos de algodão e comparação destes com discos padrões.

B. Materiais:

- Balança semi-analítica;
- Equipamento de filtração por aspiração ou por pressão, através de um disco de algodão de dimensões padronizadas;
- Estufa regulada a 30 – 40°C;
- Misturador de tipo “Waring Blender” ou similar;
- Cartão Comparador/Classificador ADPI, contendo os 4 padrões de classificação da amostra quanto a nível de partículas queimadas. As fotografias do cartão comparador costumam esmaecer com o tempo. Sempre que fora de uso, deverá ser guardado em envelope escuro ou entre cartões de cor negra;
- Discos de filtração de partículas queimadas, de algodão, diâmetro $1\frac{1}{4}$ ” (ou 3,175 cm), individuais ou montados em cartões (a apresentação dos filtros depende do tipo de equipamento de filtração);
- Proveta de 250 mL;
- Antiespumante, com 30% de silicone.

C. Procedimento:

- Transferir 250 mL de água deionizada para a jarra do misturador.
- Acionar a rotação de misturador e adicionar 25g de leite em pó desnatado ou 32,5g de leite em pó integral.
- Adicionar aproximadamente 0,5 mL de antiespumante, e misturar por cerca de 1 minuto.
- Filtrar todo o conteúdo da jarra, através do disco padrão de algodão, instalado no equipamento de filtração por aspiração ou por pressão.
- Lavar a jarra com cerca de 50 mL de água deionizada e filtrar esse material no mesmo filtro. Se a amostra reconstituída for deixada em repouso antes da filtração, agitá-la, vigorosamente, imediatamente antes de passá-la pelo filtro. Se forem deixadas em repouso, as amostras reconstituídas deverão ser cobertas.
- Remover o filtro do equipamento, fixá-lo num cartão apropriado ou folha de papel quadriculada (quadrados com cerca de 6 cm de lado, identificados com o número da

amostra) e deixar secar em atmosfera livre de partículas ou em estufa a 30 – 40°C, por breve período de tempo.

D. Resultado:

- Comparar o disco seco com as fotos do Cartão Comparador, sob luz uniforme e indireta.
- Quando a leitura situar-se entre dois padrões, classificar a amostra de acordo com a letra mais alta.

UMECTABILIDADE

A. Fundamento da análise:

Baseia-se na medição do tempo que uma alíquota da amostra leva para se “molhar”, após ser uniformemente espalhada na superfície da água a 25°C. Na prática, determina-se o tempo que todas as partículas da amostra tornam-se umedecidas, ou seja, tenham submergido, a uma eventual quantidade residual de partículas, que permaneça na superfície, apresente o aspecto úmido.

B. Materiais:

- Balança analítica;
- Cronômetro digital;
- Béquer (com bico) de 600 mL, diâmetro externo 90 ± 2 mm e altura média de 126 ± 3 mm, graduado a 150 e 250 mm, com a borda formando um plano horizontal paralelo ao da base;
- Espátula com formato de colher;
- Espátula de aço inoxidável, com 1mm de espessura, comprimento total de 250 mm, comprimento da lâmina de 13 mm e largura da lâmina de 25 mm;
- Frasco com tampa que permita vedação hermética e com capacidade 2 vezes superior ao volume da amostra;
- Pincel de pelos;
- Placa de vidro com 120 x 120 mm de lado e 2,5 mm de espessura, com bordas esmerilhadas;
- Suporte para tubos de vidro com base metálica;
- Termômetro;
- Tubo de vidro com comprimento de 65 mm, diâmetro de $80 \pm 1,8$ mm, espessura da parede de $2,5 \pm 0,3$ mm, sem fundo, com extremidades esmerilhadas paralelas, formando ângulos retos com o eixo longitudinal.

C. Procedimento:

- Transferir, cuidadosamente, uma porção de leite em pó instantâneo para um frasco com tampa hermética, e com capacidade 2 vezes superior ao volume da amostra.
- Misturar toda a amostra, cuidadosa e totalmente, por inversão e rotação do frasco. A amostra deverá permanecer à temperatura do laboratório por no mínimo 48 horas. Tornar a misturar suave e cuidadosamente, através de inversão e rotação do frasco hermético por algumas poucas vezes.
- A partir deste ponto, conduzir o teste em triplicata.
- Pesar uma alíquota de $10 \pm 0,1\text{g}$ da amostra de leite em pó integral ou desnatado instantâneo.
- Pesar $250 \pm 0,1\text{g}$ de água destilada a $25 \pm 1^\circ\text{C}$, em um béquer de 600 mL, tendo o cuidado para que a parte interna do béquer, acima do nível da água, permaneça seca.
- Colocar o béquer na base do suporte do tubo de vidro.
- Colocar a placa de vidro centralizada sobre o béquer, e instalar o tubo de vidro sobre a placa fixando-o com um gancho, de tal forma que fique centralizado sobre o béquer e que deixe a placa de vidro livre o suficiente para ser retirada.
- Transferir a porção pesada da amostra para o tubo de vidro, usando uma escova, se necessário, distribuir a amostra uniformemente sobre a placa de vidro, com a ajuda da espátula.
- Acionar o cronômetro e, após exatamente um minuto, retirar a placa de vidro com uma das mãos, segurando o béquer com a outra, de modo que a amostra caia progressivamente sobre a superfície da água contida no béquer. A retirada da placa deve ser conduzida através de movimento contínuo e suave, sendo concluída dentro de aproximadamente 2,5 segundos.
- Remover imediatamente o béquer de debaixo do tubo, e deixar em repouso.
- Assim que todas as partículas tenham submergido, interromper o cronômetro e anotar o tempo em segundo.

D. Resultado:

$$W = W' - 60$$

Onde:

W: tempo de molhagem, em segundos.

W': tempo de cronometragem, em segundos.