
Avaliação dos limites de detecção dos testes qualitativos oficiais de redutores de acidez em leite

Evaluation of the detection limits of the official qualitative tests for acidity reducers in milk

Evaluación de los límites de detección de las pruebas cualitativas oficiales de reductores de acidez en la leche.

Thainá Souza Santos

Instituto Federal de Goiás – campus Itumbiara
thainasouza120696@gmail.com

Henrique Faria Paula

Instituto Federal de Goiás – campus Itumbiara
henriquefariapaula@hotmail.com

Simone Machado Goulart

Instituto Federal de Goiás – campus Itumbiara
simone.goulart@ifg.edu.br

Leonardo Magalhães de Castro

Instituto Federal de Goiás – campus Itumbiara
leonardo.castro@ifg.edu.br

João Paulo Victorino Santos

Instituto Federal de Goiás – campus Itumbiara
joao.santos1@ifg.edu.br

Resumo

O leite é um alimento importante para os seres humanos e os seus padrões de qualidade devem ser rigorosamente controlados para garantir o consumo saudável dele. De acordo com o Regulamento de Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal (RIISPOA), é proibida a adição de substâncias redutoras de acidez como bicarbonato de sódio e hidróxido de sódio, pois mascaram a má qualidade do produto. Neste trabalho, foram avaliados os limites de detecção (LD) dos métodos oficiais de análise para esses redutores de acidez. As metodologias oficiais de análises qualitativas utilizadas, para verificar a presença dessas substâncias, foram empregadas para se verificar até que ponto elas realmente são capazes de apontar a fraude. Foram realizadas três repetições com leite coletado em três semanas. Em cada repetição, realizaram-se as análises em triplicata. A essas alíquotas foram adicionadas, individualmente, uma entre oito diferentes concentrações de cada substância

avaliada. Os resultados apontaram que essas metodologias são capazes de detectar a adição de hidróxido de sódio na concentração de 0,02% (m/v) e bicarbonato de sódio 0,05% (m/v). Quanto menor o limite detectado, mais adequado o método utilizado para avaliação da presença de adulterante. A indústria de laticínios e os órgãos responsáveis por assegurarem a qualidade desses produtos devem realizar trabalhos mais constantes de conscientização de toda a cadeia produtiva além de propor análises e pesquisas mais frequentes para detectar esses e outros contaminantes, intencionais ou presentes de forma accidental.

Palavras-chave: Qualidade do leite. Limite de Detecção. Redutores de Acidez.

Abstract

Milk is an important food for human beings and its quality standards must be strictly controlled to ensure healthy consumption and that it will not cause harm to health. According to the Regulation of Industrial and Sanitary Inspection of Products of Animal Origin (RIISPOA), the addition of acid-reducing substances such as sodium bicarbonate and sodium hydroxide is prohibited, as they mask the poor quality of the product. In this work, the Detection limit (DL) of the official methods of analysis for these acidity neutralizers were evaluated. The official qualitative analysis methodologies used to verify the presence of these substances were used to verify the extent to which they can point out the fraud. Three repetitions were performed with milk collected in three weeks. In each repetition, the analyzes were performed in triplicate. In each aliquot, one out of eight different concentrations of each substance evaluated was added separately. The results showed that these methodologies can detect the addition of sodium hydroxide at a concentration of 0.02% (m / v) and bicarbonate 0.05% (m / v). The lower the limit detected, the more appropriate the method used to assess the presence of adulterant. The dairy industry and the entities responsible for ensuring the quality of these products must carry out more constant work to raise awareness of the entire production chain, in addition to proposing more frequent analyzes and research to detect these and other contaminants, whether intentional or present accidentally.

Keywords: Milk quality. Detection limit. Acidity Reducers.

Resumen

La leche es un alimento importante para los seres humanos y sus estándares de calidad deben ser estrictamente controlados para asegurar un consumo saludable y que no cause daños a la salud. De acuerdo con el Reglamento de Inspección Industrial y Sanitaria de Productos de Origen Animal (RIISPOA), la adición de sustancias reductoras de ácido como el bicarbonato de sodio y el hidróxido de sodio está prohibida, ya que enmascaran la mala calidad del producto. En este trabajo, se evaluó el límite de detección (LD) de los métodos oficiales de análisis para esos neutralizadores de acidez. Las metodologías oficiales de análisis cualitativo utilizadas para verificar la presencia de esas sustancias se utilizaron para verificar hasta qué punto son realmente capaces de señalar el fraude. Se realizaron tres repeticiones con leche recogida en tres semanas. En cada repetición, los análisis se realizaron por triplicado. En cada parte alícuota, una de cada ocho concentraciones diferentes de cada sustancia evaluada se agregó por separado. Los resultados mostraron que estas metodologías son capaces de detectar la adición de hidróxido de sodio a una concentración de 0.02% (m / v) y bicarbonato 0.05% (m / v). Cuanto más bajo sea el límite detectado, más apropiado será el método utilizado para evaluar la presencia de mezcla. La industria láctea y las entidades responsables por garantizar la calidad de estos productos deben llevar a cabo un trabajo más constante para crear conciencia sobre toda la cadena de producción, además de proponer análisis e investigaciones más frecuentes para detectar esos y otros contaminantes, ya sea de forma intencional o accidental.

Palabras clave: Calidad de la leche. Límite de detección. Redutores de acidez.

Introdução

O leite é um alimento importante para os seres humanos e os seus padrões de qualidade devem ser rigorosamente controlados para garantir o consumo saudável e que não venha a causar danos à saúde. É necessário verificar constantemente se os requisitos de qualidade previstos na legislação estão sendo cumpridos.

A qualidade do leite é definida pela sua composição e seus principais componentes são água, gordura, proteína, lactose, minerais e vitaminas que podem ter seu conteúdo influenciado por diversos fatores como alimentação, clima, ambiente, uso de medicamentos, condições higiênico-sanitárias, além de fraudes pela adição de substâncias proibidas ou retirada de componentes (SOUZA et al., 2010).

Os países em desenvolvimento tem aumentado muito o consumo médio de alimentos como leite e carne, propiciando uma dieta mais variada. O crescente consumo de laticínios e outros produtos animais está trazendo importantes benefícios nutricionais para boa parte da população desses países, muitos deles na África e países mais pobres das américas. No entanto, o rápido crescimento da produção e o consumo de produtos pecuários também pode apresentar riscos para a saúde humana, meio ambiente e viabilidade econômica de pequenos agricultores, mas também pode oferecer oportunidades para indústrias de laticínios de pequena e média escala (MUEHLHOFF; BENNETT; McMAHON, 2013).

De acordo com o Regulamento de Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal (RIISPOA) é impróprio para consumo humano o leite que apresente características sensoriais anormais, a adição de conservadores ou substâncias estranhas à sua composição, contenha impurezas ou corpos estranhos de qualquer natureza, apresente resíduos de antibióticos ou inibidores, esteja fraudado, ou não atenda aos padrões microbiológicos e físico-químicos definidos em Regulamentos Técnicos Específicos (BRASIL, 2011).

Dentre as fraudes mais comuns são relatadas a adição de água para aumentar o volume, o uso do peróxido de hidrogênio para impedir o crescimento de microrganismos e a adição de bicarbonato de sódio e

hidróxido de sódio para diminuir a acidez do leite (TRONCO, 2008; ABRANTES; CAMPÊLO; SILVA, 2014).

A maioria dos trabalhos de pesquisa sobre a presença de contaminantes em leite aplicam as metodologias oficiais de análises da IN 68 (BRASIL 2006). Poucos trabalhos avaliam essas metodologias e seus Limites de Detecção (LD) relacionado à capacidade de resposta do método e as consequências da presença de adulterantes químicos como redutores de acidez, adulterantes de densidade e conservadores nos resultados dos parâmetros físico-químicos. O LD é o menor valor de concentração do analito de interesse que pode ser detectado pelo método (INMETRO, 2003).

A população demanda por alimentos saudáveis e nutritivos, que tenham qualidade em seus aspectos físico-químicos, sensoriais e microbiológicos. Nessas circunstâncias, faz-se necessário combater a fraude do leite, que prejudica toda uma cadeia produtiva. Por isso, intensificar a fiscalização e punição, aprimorar esses sistemas de fiscalização, conscientizar produtores, empresas e consumidores em relação a uma boa qualidade do leite é de extrema importância (KARTHEEK et al. 2011).

A fraude mais comum no Brasil continua sendo a adição de água, com o objetivo de aumentar o volume que, além disso, provoca uma diluição reduzindo seu valor nutritivo. Esse procedimento reflete a falta de comprometimento da produção de um leite de qualidade e a ganância dos fraudadores sejam eles os próprios produtores rurais ou as indústrias. De acordo com o que afirma Sousa et al. (2011), a fraude por adição de água e reconstituintes de densidade não mostram risco à saúde do consumidor, contudo, ocorre diluição dos seus componentes nutritivos.

Muitas vezes associada a esta fraude está a baixa qualidade do produto e ou de condições adequadas de refrigeração o que acarreta aumento de sua acidez e nova fraude pela adição dos redutores dessa acidez. É apontada como fraude intencional a adição de soluções alcalinas no leite no intuito de diminuir e estabilizar a acidez. No entanto, a presença dessas substâncias pode ocorrer devido a falhas da higienização e da sanitização que utilizam soluções alcalinas na limpeza de equipamentos, utensílios ou mesmo da própria estrutura física para remoção de gordura do leite (OLIVEIRA; SANTOS, 2012).

Neste trabalho foram avaliados os LD dos métodos oficiais de análise para os neutralizantes de acidez, hidróxido de sódio e bicarbonato de sódio. As metodologias oficiais de análises qualitativas utilizadas para verificar a presença dessas substâncias foram empregadas para se verificar até que ponto elas realmente são capazes de apontar a fraude pelo emprego dos redutores de acidez.

Revisão de literatura

Adulteração do leite

Um dos alimentos mais envolvidos em casos de fraudes é o leite (MOORE; SPINK; LIPP, 2012). De acordo com RIISPOA, entende-se por leite fraudado o que for adicionado de água, substâncias conservadoras ou quaisquer elementos estranhos à sua composição; sofrer subtração de qualquer dos seus componentes; estiver cru e for vendido como pasteurizado ou for exposto ao consumo sem as devidas garantias de inviolabilidade (BRASIL, 1997).

As primeiras adulterações detectadas foram por meio da adição de água para aumento do volume e desnate acima do permitido para produção de creme de leite. Ao longo do tempo novos tipos de adulterações foram sendo detectadas, como adição de soro de queijo, de substâncias conservantes (peróxido de hidrogênio), neutralizantes (hidróxido de sódio, bicarbonato de sódio) e reconstituintes da densidade e crioscopia (sal, açúcar, amido) (ABRANTES; CAMPÊLO; SILVA, 2014).

Além de afetar o consumidor economicamente, em fornecer um produto de qualidade abaixo à declarada, a adulteração do leite pode representar risco à saúde, dependendo do tipo de substância utilizada na fraude. Em 2007, uma operação que ficou conhecida como “Ouro Branco”, investigou duas cooperativas de laticínios no estado de Minas Gerais por adulteração de leite. Segundo as investigações as fraudes ocorriam com a adição de soro de leite, substâncias conservantes, neutralizantes e reconstituintes (SPIGLIATTI, 2007).

Em 2014, foi deflagrada a chamada “Operação Leite Adulterado”, no Estado de Santa Catarina e Rio Grande do Sul, com o objetivo de investigar e punir os envolvidos em adulteração de leite com sal, soda cáustica, citrato e peróxido de sódio (BRASIL, 2014). O Ministério Público do Rio Grande do Sul deflagrou, em maio de 2014, a quinta fase da Operação “Leite Compen\$ado” para cumprir três mandados de prisão e 15 de busca e apreensão. A investigação detectou adulteração no leite dentro de indústrias. Nas etapas anteriores as fraudes tinham sido praticadas por transportadores. Os proprietários de três laticínios da região do Vale do Taquari/RS davam ordens para que subordinados corrigissem a acidez de leite que estava se deteriorando com a adição de produtos como citrato, soda cáustica, bicarbonato de sódio e água oxigenada, entre outros. Os três foram presos (GLOBO RURAL, 2014).

No trabalho de Mareze et al. (2015) foram determinadas as presenças de substâncias fraudulentas e avaliadas as características físico-químicas do leite pasteurizado produzido em laticínios da região norte do Paraná. Foram avaliadas 80 amostras no período de março a junho de 2014 e verificadas amostras fora do padrão para as análises de gordura (12,5%), sólidos não gordurosos (5%), densidade (1,25%), crioscopia (3,75%), pH (48,75%), ureia (1,25%), além da adição das substâncias água e sacarose (3,75%) e hipoclorito (5%). Os autores afirmam que as fraudes têm sido realizadas mais próximas dos limites da capacidade dos testes para dificultar a sua detecção, o que reafirma a necessidade de um maior controle por parte da fiscalização.

Motta et al. (2015) avaliaram a qualidade microbiológica, constituintes nutricionais e presença de substâncias inibidoras do crescimento bacteriano em 100 amostras informais de leite de vacas, comercializadas na região sudoeste do estado de São Paulo. Verificou-se que 77% da Contagem de Células Somáticas (CCS) e 86% da Contagem Bacteriana Total (CBT) das amostras estavam em desacordo com os valores máximos exigidos pela Instrução Normativa 62 do MAPA. Foram identificados teores em desacordo para sólidos totais (36%), proteína (23%), gordura (38%), extrato seco desengordurado (43%) e nitrogênio uréico (73%). Em 59% das amostras detectou-se a presença de resíduos de inibidores do crescimento bacteriano. Apesar do trabalho não ter avaliado a presença de redutores de acidez, sua

presença é muito comum em amostras em que se encontrem outras fraudes como as de inibidores do crescimento microbiano e apresentam baixo valor para sólidos totais, característica de leite fraudado também com água.

Fraudes com redutores de acidez

As substâncias neutralizantes são adicionadas ao leite com o intuito de mascarar a acidez elevada que está presente no leite decorrente da fermentação microbiana. Os microrganismos presentes no leite em quantidades superiores metabolizam a lactose transformando-a em ácido láctico e, conseqüentemente, elevando a acidez titulável, o que leva à recusa do produto pela indústria (BRASIL, 2011).

A adição fraudulenta de neutralizantes como bicarbonato de sódio e hidróxido de sódio, tem como objetivo reverter a acidez desenvolvida por microrganismos mesófilos, que degradam a lactose gerando ácido láctico, levando a coagulação do leite. A neutralização de maneira ilegal da acidez pode mascarar a acidez desenvolvida, tornando um leite de má qualidade em um leite aceitável conforme a legislação brasileira (SILVA et al., 2010).

A literatura relata a pesquisa de neutralizantes da acidez no leite e as frequências observadas variam de 0% à 65% das amostras avaliadas (FIRMINO et al., 2010; MARTINS et al., 2008; MENDES et al., 2010; SOUSA et al., 2011). A utilização de hidróxido de sódio é a mais comum entre os neutralizantes e pode promover saponificação da gordura do leite, causando defeitos no produto e nos derivados como queijos, requeijão e iogurtes. Além disso, é uma substância corrosiva para os tecidos humanos, podendo representar risco ao consumidor dependendo da concentração final no leite (DA SILVA, 2013).

Rosa-Campos et al. (2011) realizaram análises de rotina em 72 amostras leite pasteurizado de oito marcas diferentes produzidas no Distrito Federal entre janeiro e dezembro de 2010. Uma marca apresentou fraude por adição de água e retirada de gordura, cinco marcas apresentaram amostras adicionadas do redutor de acidez bicarbonato de sódio, uma marca apresentou cloreto nas amostras, sete marcas tinham amostras fraudadas com peróxido de hidrogênio e todas as marcas apresentaram amostras fraudadas com sacarose. Os resultados mostram descompromisso e falta de

responsabilidade com a qualidade do leite e com a saúde do consumidor, tanto pelos órgãos de fiscalização quanto pelas empresas produtoras.

Silva et al. (2015) avaliaram a sensibilidade analítica de provas descritas pela legislação, o efeito dessas substâncias na inibição do crescimento microbiano e a persistência de resíduos detectáveis após 48 horas de refrigeração. Lotes de leite cru, livres de substâncias adulterantes, foram adicionados de diferentes concentrações de formaldeído, peróxido de hidrogênio, hipoclorito de sódio, cloro, detergente alcalino clorado e hidróxido de sódio. A sensibilidade analítica das provas oficiais foi: 0,005% para formaldeído; 0,003% para peróxido de hidrogênio e 0,013% para hipoclorito. Cloro e detergente alcalino clorado não foram detectados pelas provas oficiais. A prova de neutralizantes não detectou hidróxido de sódio quando a acidez foi neutralizada com precisão. Concentrações de 0,05% formaldeído, 0,003% de peróxido de hidrogênio e 0,013% de hipoclorito de sódio reduziram significativamente ($P < 0,05$) a microbiota do leite após 24 e 48 horas de refrigeração. O formaldeído e hipoclorito de sódio permaneceram detectável no leite após 48 e 24 horas de refrigeração, respectivamente e o peróxido de hidrogênio não foi detectável após 24 horas. Os autores concluíram que as provas oficiais para a pesquisa de fraudes por adição de conservantes e neutralizantes ao leite apresentam limitações e podem não ser capazes de detectar adulterações no leite.

Metodologia

Coleta e preparo das amostras

Para avaliação da sensibilidade analítica das provas oficiais de pesquisa de adulterantes de acidez (Hidróxido de Sódio e Bicarbonato de Sódio) foram realizadas três repetições com leite coletado em três semanas. Em cada repetição as análises foram realizadas em triplicata. Para cada análise, utilizou-se aproximadamente 2,0 litros de leite *in natura*, isento de substâncias estranhas e dentro dos parâmetros exigidos pela legislação (BRASIL, 2011). Posteriormente as amostras foram homogeneizadas e divididas em alíquotas de 100 mL, em frascos limpos e isentos de resíduos.

Em cada alíquota foram adicionadas, separadamente, uma entre oito diferentes concentrações de cada substância avaliada. Inicialmente as concentrações avaliadas foram propostas aleatoriamente e na medida em que os resultados foram sendo positivos, novos testes foram realizados, diluindo a concentração até se chegar a valores negativos, encontrando o LD.

Análise de Hidróxido de Sódio

Para a análise de hidróxido de sódio foram transferidos 5 mL de leite para um tubo de ensaio e adicionadas 4 gotas de azul de bromotimol. Em resultado positivo é formada a coloração esverdeada e resultado negativo coloração amarelada (BRASIL, 2006).

Análise de Bicarbonato de Sódio

Em 5 mL de leite foram acrescentados 10 mL de álcool etílico absoluto e 6 gotas de ácido rosólico a 1% (v/v). A cor vermelho-carmim indicava adição de bicarbonato de sódio (BRASIL, 2006).

Discussão dos resultados

Os resultados obtidos para o LD do redutor de acidez hidróxido de sódio apontou a capacidade do método em detectar concentrações a partir de 0,02% (m/v), como mostra a Tabela 1.

Tabela 1 - Teores avaliados para LD de hidróxido de sódio em leite

Amostra	Teor de Hidróxido de Sódio	Resultado
Controle	0,00%	Negativo
1	0,01%	Negativo
2	0,02%	Positivo
3	0,03%	Positivo
4	0,04%	Positivo
5	0,05%	Positivo

6	0,06%	Positivo
7	0,07%	Positivo
8	0,08%	Positivo

De acordo com Da Silva (2013) a adição de hidróxido de sódio nas concentrações de 0,01; 0,025 e 0,05% alterou as médias obtidas para acidez (Dornic) de 17^o D no controle negativo para 16^o D, 13^o D e 10^oD, respectivamente. Concentrações de 0,025 e de 0,05% de hidróxido de sódio também resultaram em teste de alizarol positivo para substâncias alcalinas. Contudo, a presença de hidróxido de sódio somente foi confirmada pelas provas específicas para a pesquisa de neutralizantes (BRASIL, 2006) nas concentrações de 0,025% e 0,05%. Assim como na pesquisa de Da Silva (2013) a presença desse redutor na concentração de 0,01% não foi detectada pela metodologia oficial.

Wanderley et al. (2013) avaliaram o comportamento dos métodos analíticos oficiais de rotina (lipídios, extrato seco desengordurado, acidez titulável, densidade relativa a 15°C e crioscopia) e de detecção de fraudes (DF) utilizadas para leite fluido. Foram observadas alterações dos padrões físico-químicos nas fraudes contendo 0,4% de água, 0,06% de cloretos, 0,06% de neutralizantes da acidez e 0,4% de cloro, não sendo possível detectar alteração no leite fraudado com 0,06% de amido de milho. Na determinação de substâncias adicionadas ao leite, os níveis mínimos de detecção encontrados foram de 0,06% de NaCl, 0,4% de cloro, 0,25% de amido, 0,06% de neutralizantes da acidez e 0,4% de água.

Os autores concluíram que as análises oficiais de rotina não foram eficazes na detecção de irregularidades no leite e que a indústria de laticínio deveria realizar análises complementares de substâncias neutralizantes da acidez, conservantes e reconstituintes da densidade, ainda que nas outras provas os resultados estejam dentro dos parâmetros permitidos pela legislação, a fim de evitar que leite impróprio para consumo seja comercializado e consumido pela população.



Figura 1 - Imagem da análise de hidróxido de sódio em leite

Resultados preocupantes foram encontrados também na pesquisa de Silva et al. (2015) quando concluíram não ser possível detectar a presença de hidróxido de sódio em leite, utilizando a metodologia oficial qualitativa, quando a fraude resulta em leite com acidez normal, indicando que os métodos apresentam uma importante limitação e somente são capazes de indicar a presença do adulterante em amostras abaixo do padrão de acidez.

Nas análises de bicarbonato de sódio, o LD para a presença desse redutor de acidez foi a partir da concentração de 0,05% (m/v) em leite, como mostra a Tabela 2.

Tabela 2 - Teores avaliados para LD de bicarbonato de sódio em leite

Amostra	Teor de Bicarbonato de Sódio	Resultado
Controle	0,00%	Negativo
1	0,01%	Negativo
2	0,02%	Negativo
3	0,03%	Negativo
4	0,04%	Negativo
5	0,05%	Positivo

6	0,06%	Positivo
7	0,07%	Positivo
8	0,08%	Positivo

No trabalho de Cassoli et al. (2011) as amostras de leite cru foram adulteradas com bicarbonato de sódio (0,05%, 0,10% e 0,25%) e o método utilizado para verificação foi o infravermelho com transformada de Fourier (IVTF), foram desenvolvidas calibrações para identificação de adulteração através da comparação do espectro de leite adulterado com um espectro de referência para leite cru. O método apresentou LD de 0,05% para avaliar a presença de bicarbonato de sódio (CASSOLI et al., 2011). Os resultados deste trabalho em que as metodologias oficiais são avaliadas são equivalentes ao trabalho utilizando a metodologia (IVTF).

Coitinho (2017) encontrou o LD de bicarbonat de sódio em leite “*in natura*” a partir de 0,06% em amostras coletadas de 10 caminhões transportadores no estado de São Paulo, utilizando método de espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier. Os resultados obtidos são semelhantes aos encontrados nesta pesquisa, porém a metodologia oficial foi mais eficiente sendo capaz de detectar a presença de uma concentração menor, de 0,05% (m/v).



Figura 2 - Imagem da análise de bicarbonato de sódio em leite

Rosa-Campos et al. (2011) encontraram amostras fraudadas com bicarbonato de sódio em cinco de oito marcas de leite pasteurizado, evidenciando que a presença desse redutor de acidez é comum também em produtos que estão prontos para o consumo, indicando fraude direta da indústria processadora.

É importante a correta aplicação do método, além disso, é importante que os órgãos de fiscalização tenham o conhecimento de que a aplicação da metodologia oficial não é garantia de leite livre de fraudes, o que faz com que trabalhos mais intensificados dentro das indústrias sejam cada vez mais necessários.

Considerações finais

Nesta pesquisa a sensibilidade dos métodos oficiais qualitativos de análise dos neutralizantes de acidez hidróxido de sódio e bicarbonato de sódio foi avaliada para se chegar ao seu LD. Os resultados apontaram que essas metodologias são capazes de detectar a adição de hidróxido de sódio na concentração de 0,02% (m/v) e bicarbonato de sódio 0,05% (m/v).

Pesquisas de limites de detecção são de grande importância, visto que o propósito é garantir um leite de qualidade ao consumidor, uma vez que um leite de má qualidade pode causar prejuízos à saúde. Quanto menor o limite detectado, mais adequado o método utilizado para avaliação da presença do adulterante. A indústria de laticínios e os órgãos responsáveis por assegurar a qualidade desses produtos devem realizar trabalhos mais constantes de conscientização de toda a cadeia produtiva, além de propor análises e pesquisas mais frequentes para detectar esses e outros contaminantes, intencionais ou presentes de forma acidental.

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*, São Paulo, 73 (3): 244-251, 2014.

BRASIL. *Instrução normativa n° 62 de 29 de dezembro de 2011*. Regulamento Técnico de Produção, Identidade e Qualidade do Leite tipo A, o

Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade de Leite Cru Refrigerado, o Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade de Leite Pasteurizado e o Regulamento Técnico da Coleta de Leite Cru Refrigerado e seu Transporte a Granel. Diário Oficial [da] União, Brasília, 29 dez. 2011.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. *Deflagrada fraude em leite em Santa Catarina*. 2014.

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. Ministério da Agricultura. Departamento Nacional de Inspeção de Produtos de Origem Animal. *Regulamento da Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal – R.I.I.S.P.O.A*. Aprovado pelo decreto n 30691 de 29 de março de 1952, alterado pelo Decreto 1255 de 25 de junho de 1962. Alterado pelo Decreto 2244 de 04/06/1997. Brasília-DF. 1997.

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

COITINHO, T. B. *Aplicação da espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier no monitoramento de adulterantes em leite cru*. 2017. 62 f. Tese (Doutorado) - Curso de Zootecnia, Universidade de São Paulo Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", Piracicaba, 2017.

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.

FIRMINO, F. C. et al. Detecção de fraudes em leite cru dos tanques de expansão da região de rio Pomba, Minas Gerais. *Revista do Instituto de Laticínios Cândido Tostes*, v. 65, n.376, p. 5-11, set. out., 2010.

GLOBO RURAL. *Ministério Público do RS detecta mais fraudes no leite e prende três*. 2014. Disponível em: <https://revistagloborural.globo.com/Noticias/Criacao/Leite/noticia/2014/05/ministerio-publico-do-rs-detecta-mais-fraudes-no-leite-e-prende-tres.html>. Acesso em 17 de junho de 2020.

INMETRO. *Orientações sobre Validação de Métodos de Ensaio Químicos*. Brasil, 2003.

KARTHEEK, M.; SMITH, A. A.; MUTHU, A. K.; MANAVALAN, R. Determination of Adulterants in Food: A Review. *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, v. 3, n. 2, p. 629-636, 2011.

MAREZE, J. et al. Detecção de adulterações do leite pasteurizado por meio de provas oficiais: Detection of pasteurized milk adulteration through official methods. *Semina: Ciências Biológicas e da Saúde*, Londrina, v. 36, n. 1, p.283-290, 2015.

MARTINS, M. E. P. et al. Qualidade de leite cru produzido e armazenado em tanques de expansão no estado de Goiás. *Ciência Animal Brasileira*, v. 9, n. 4, p. 1152-1158, 2008.

MENDES, C. de G. et al. Análises Físico-Químicas e Pesquisa de Fraude no Leite Informal Comercializado no município DE Mossoró, RN. *Ciências Animal Brasileira*, Goiânia, v. 11, n. 2, p.349-356, 2010.

MOORE, J. C.; SPINK, J.; LIPP, M. Development and Application of a Database of Food Ingredient Fraud and Economically Motivated Adulteration from 1980 to 2010. *Journal of Food Science*, Chicago, v. 77, n. 4, p. 118-126, 2012.

MOTTA, R. G.; et al. Indicadores de qualidade e composição de leite informal comercializado na região Sudeste do Estado de São Paulo. *Pesquisa Veterinária Brasileira*, v.35, n.5, p.417-423, 2015.

MUEHLHOFF, E.; BENNETT, A.; McMAHON, D. *Milk and dairy products in human nutrition*. Food and Agriculture Organization of the United Nations (FAO), 2013.

OLIVEIRA, E. N. A. de; SANTOS, D. da C. Avaliação da qualidade físico-química de leites pasteurizados. *Revista do Instituto Adolfo Lutz*, São Paulo, v. 71, n. 1, p.193-197, 2012.

ROSA-CAMPOS, A. A., ROCHA, J. E. S.; BORO, 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.

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. Niteroi, 2010.

SILVA, L. C. C. et al. Preservatives and neutralizing substances in milk: analytical sensitivity of official specific and nonspecific tests, microbial inhibition effect, and residue persistence in milk. *Ciência Rural*, Santa Maria, v. 45, n. 9, p.1613-1618, 2015.

SOUSA, F.; SILVA, L.; SOUSA, E.; SILVA, J.; FEITOSA, M. Análises físico químicas e pesquisa de fraudes em leite pasteurizado tipo C. *Caderno verde de Agroecologia e Desenvolvimento Sustentável*, v.1, n.1, 2011.

SOUZA, A. H. P. de. et al. Avaliação Físico-Química do leite UHT e pasteurizado comercializado na cidade de Londrina- PR. *Revista brasileira de pesquisa em alimentos*, v. 1, n. 1, p. 39-42, 2010.

SPIGLIATTI, S. *PF prende 25 por fraude em leite longa vida*. 2007.

TRONCO, V. M. *Manual para inspeção da qualidade do leite*. Santa Maria: Editora UFSM, 2008.

WANDERLEY, C. H. et al. Avaliação da Sensibilidade de Métodos Analíticos Para Verificar Fraude em Leite Fluido. *Revista de Ciências da Vida*, RJ, EDUR, v. 33, n. 1, jan. / jun., p. 54-63, 2013.