



**UNICEPLAC**

**Centro Universitário do Planalto Central Aparecido dos Santos - UNICEPLAC**

**Curso de Medicina Veterinária**

**Trabalho de Conclusão de Curso**

**Fraudes Intencionais em Leite Integral UHT: sensibilidade dos testes físico-químicos Alizarol e Dornic**

Gama-DF

2019

**ACÁCIO MACEDO CINTRA**

**Fraudes Intencionais em Leite Integral UHT: sensibilidade dos testes físico-químicos Alizarol e Dornic**

Artigo apresentado como requisito para conclusão do curso de Bacharelado em Medicina Veterinária pelo Centro Universitário do Planalto Central Aparecido dos Santos – Uniceplac.

Orientadora: Profa. Dra. Stefania Márcia de Oliveira Sousa

Gama-DF

2019

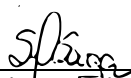
## ACÁCIO MACEDO CINTRA

### Fraudes Intencionais em Leite Integral UHT: sensibilidade dos testes físico-químicos Alizarol e Dornic

Artigo apresentado como requisito para conclusão do curso de Bacharelado em Medicina Veterinária pelo Centro Universitário do Planalto Central Aparecido dos Santos – Uniceplac.

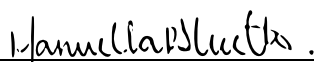
Gama, 08 de Novembro de 2019.

#### Banca Examinadora



---

Profa. Dr. Stefania Márcia de Oliveira Sousa  
Orientadora



---

Profa. Msc. Manuella Rodrigues de Souza Mello  
Examinadora



---

Dra. Milena Mendonça dos Santos  
Examinadora

# Fraudes Intencionais em Leite Integral UHT: sensibilidade dos testes físico-químicos Alizarol e Dornic

Acácio Macedo Cintra<sup>1</sup>

## Resumo:

O leite é fraudado para aumentar seu volume, corrigir alguma falha ou inibir o crescimento de bactérias. Este trabalho se propõe a mensurar a sensibilidade dos testes de Alizarol e Dornic para fraudes intencionais em leite integral UHT com sal de cozinha, bicarbonato de sódio, peróxido de hidrogênio P.A e hipoclorito de sódio P.A nas concentrações de 0,00% (controle), 0,05%, 0,1%, 0,25%, 0,5%, 1%, 2,1% e 5,2%. Foi observada a ausência de grumos, coloração vermelho-tijolo na titulação de acidez para peróxido de hidrogênio. Já o sal de cozinha apresentou precipitações a partir da concentração de 0,01% com aumento da acidez, revelados pelo teste qualitativo e quantitativos. Os resultados para fraudes com hipoclorito de sódio apresentaram alteração de alcalinidade possível de ser mensurada no teste Dornic, já os testes de Alizarol mantiveram o resultado do teste controle até a concentração de 0,5%, apresentando tonalidade roxa para concentrações a partir de 1%. A prova com bicarbonato revelou sensibilidade das provas de Alizarol para concentrações acima de 0,25% para a colorimetria e 0,5% para estabilidade. Os resultados revelaram a queda do pH até a concentração de 0,5%, sendo observado efeito inverso entre o pH alcalino da solução e o alto resultado para acidez titulável pelo método Dornic. Os resultados revelam que os testes de alizarol e Dornic são parcialmente eficazes frente as fraudes e concentrações produzidas. Não obstante, os testes de Dornic e Alizarol são complementares e aponta que fraudes em baixas concentrações são obstáculos para fiscalização por meio dos testes quantitativos e qualitativos.

**Palavras-chave:** Bicarbonato. Hipoclorito de sódio. Sal de cozinha. Cloreto de Sódio. Peróxido de hidrogênio. Água Oxigenada.

## Abstract:

This study aims measure the sensitivity of alizarol and Dornic tests for intentional frauds in UHT whole milk with table salt, sodium bicarbonate, hydrogen peroxide and sodium hypochlorite at concentrations of 0.00% (control), 0.05%, 0.1%, 0.25%, 0.5%, 1%, 2.1% and 5.2%. The results show that alizarol and Dornic tests are partially effective against frauds and concentrations produced. However, for hydrogen peroxide these in both tests demonstrate low detection sensitivity at fraudulent concentrations. Notwithstanding the present study reveals that the tests of Dornic and alizarol are complementary, but low concentration frauds are obstacles to inspection through quantitative and qualitative tests.

**Keywords:** Bicarbonate. Sodium hypochlorite. Salt. sodium chloride. Hydrogen peroxide. Hydrogen peroxide.

---

<sup>1</sup>Graduando do Curso Medicina Veterinária, do Centro Universitário do Planalto Central Aparecido dos Santos – Uniceplac. E-mail: acacio.cintra@gmail.com.

## 1 INTRODUÇÃO

O Brasil possui uma expressiva produção leiteira, vigorando na terceira posição dos países com maior produção de leite de vaca entre os anos de 2016 e 2017 (ANUÁRIO LEITE 2019, 2019). O leite e seus derivados possuem notável importância nas principais fontes de proteína animal consumidas pelos brasileiros (VISOTTO *et al.*, 2011). Dentre as principais fontes de leite consumidas pela população brasileira está o Leite UHT Integral (WANDERLEY *et al.*, 2013).

Leite é o produto obtido da glândula mamária de bovinos por ordenha, de forma ininterrupta, de animais saudáveis, bem alimentados e ambientados, cujo produto da lactação apresenta características físico-químicas descritas no Regulamento na Inspeção Industrial e Sanitária de Origem Animal (RIISPOA), sem a presença de substâncias e resíduos alheios a sua composição natural, como resíduos de medicamentos, inibidores de crescimento microbiano, neutralizantes de acidez, reconstituintes de densidade e crioscopia (BRASIL, 2017).

Leite Integral UHT está estabelecido no Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade do Leite UHT (RTIQLUHT) como sendo o tratamento térmico aplicado sobre o leite homogeneizado com teor mínimo de 3% de gordura em fluxo contínuo, pelo período de dois a quatro segundos, temperatura entre 130 °C e 150 °C, imediatamente resfriado em temperatura inferior a 32°C, envasado em condições asséptica, embalagens esterilizadas e completamente vedadas, este devem ser estocado em temperatura ambiente (BRASIL, 1997; BRASIL, 2017).

O RTIQLUHT permite o uso de estabilizantes de citrato de sódio, monofosfato de sódio, difosfato de sódio e trifosfato de sódio, podendo ser administrados em conjunto ou separadamente, em quantidade total inferior ou igual a 0.1g/100 mL (BRASIL, 1997). Os estabilizantes são sais adicionados ao leite cru, cujo objetivo é manter a estabilidade do leite que será tratado termicamente em alta temperatura (MAGALHÃES & SOUZA, 2018).

No Brasil o leite é um dos produtos alimentícios que frequentemente passa por adulteração, sendo esta prática geralmente motivada pelo desejo de aumentar o volume do leite, o tempo de vida do produto ou corrigir algum defeito encontrado em sua composição (SILVA, 2013; SCHERER, 2015). Dentre as principais substâncias fraudulentas estão: a água, amido, sal, açúcar e a farinha adicionados com objetivo de aumentar o volume e a correção da densidade do leite; o bicarbonato como agente neutralizante da acidez; e o cloro, o hipoclorito e o peróxido de hidrogênio, adicionados ao leite para obter ação conservante pela eliminação/redução da carga microbiológica presente no leite (SILVA, 2013).

Como forma de resguardar a inocuidade do leite, o RTIQLUHT e o Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade de Produtos Lácteos (RITQLa) estabelecem testes de controle de qualidade do Leite UHT, dentre os quais estão as provas quantitativas e qualitativas de mensura a acidez do produto, os testes de acidez titulável em graus Dornic e Alizarol, respectivamente (BRASIL, 1996; BRASIL, 1997). Para o Leite Integral UHT, o RTIQLUHT firma os valores de 0,14 a 0,18 g de ácido láctico/100 mL e estabilidade ao etanol 68% (v/v) (BRASIL, 1997).

O presente estudo se presta a examinar a sensibilidade dos testes de Alizarol e Dornic na mensuração da acidez do leite em adulterações intencionais, para os quais foi utilizado Leite Integral UHT, em diferentes concentrações de sal de cozinha, peróxido de hidrogênio, hipoclorito de sódio e bicarbonato de sódio.

## **2 METODOLOGIA**

A amostra de Leite Integral UHT foi adquirida em comércio varejista de mercadorias em geral, com predominância de produtos alimentícios. Foram obtidos uma caixa contendo 12 subunidades de 1Lt cada e todas as subunidades pertenciam ao mesmo lote de fabricação, fabricados no dia 21/04/2019 e com validade para o dia 21/09/2019, conforme informações do rótulo. O mesmo indicava ainda o uso concomitante dos estabilizantes trifosfato de sódio, citrato de sódio, monofosfato de sódio e difosfato de sódio no produto envasado. Após aquisição, os produtos foram transportados sob temperatura ambiente e acondicionados em local seco, arejado e sombreado.

No intuito de melhor identificar a origem da amostra fraudada, cada embalagem de Leite Integral UHT foi enumerada de forma aleatória obedecendo a formatação  $CXn$ , onde  $n$  corresponde ao valor no intervalo de 1 a 12, utilizado em ordem crescente e sem repetição. As fraudes do produto adquirido foram realizadas no laboratório de microbiologia da UNICEPLAC utilizando materiais estéreis.

Para cada produto de fraude foram utilizadas vidrarias independentes e as fraudes foram produzidas nas concentrações de 0,00% (controle), 0,05%, 0,1%, 0,25%, 0,5%, 1%, 2,1% e 5,2% das soluções de hipoclorito de sódio para análise (P.A), sal de cozinha (cloreto de sódio e iodo a 25 mcg/1g), peróxido de hidrogênio P.A e bicarbonato P.A. Os tratamentos das fraudes intencionais no Leite UHT estão demonstrados na Tabela 1. Após adição do volume de fraude, o conteúdo foi homogeneizado por 30 segundos com auxílio do agitador de tubos vortex Q220, do fabricante Quimis, em velocidade mediana.

**TABELA 1 – Volumes e frações produzidas por amostra fraudada.**

	Fraude líquida			Fraude sólida		
	Fl(mL)	L(mL)	P(n)	Fs(g)	L(mL)	P(n)
<b>CT</b>	0,00	60,00	1	0,00	60,00	1
<b>F005</b>	0,03	59,97	2	0,03	59,97	2
<b>F01</b>	0,06	59,94	2	0,06	59,94	2
<b>F025</b>	0,15	59,85	2	0,15	59,85	2
<b>F05</b>	0,30	59,7	3	0,30	59,7	3
<b>F1</b>	0,60	59,4	3	0,60	59,4	3
<b>F2</b>	1,20	58,8	3	1,20	58,8	3
<b>F5</b>	3,00	57,0	3	3,00	57,0	3

Fl(mL): indica o volume do produto de fraude líquida (hipoclorito de sódio e peróxido de hidrogênio) adicionado ao volume de leite; L(mL): indica o volume de leite contido no produto final da fraude; P(n): indica quantas partes/frações o volume de fraude e o leite foram divididos para posterior homogeneização; Fs(g): indica o volume do produto de fraude sólida (sal de cozinha e bicarbonato) adicionado ao volume de leite; CT: amostra controle; F005: fraude a 0,05%; F01: fraude a 0,1%; F025: fraude a 0,25%; F05: fraude a 0,5%; F05: fraude a 0,5%; F1: fraude a 1%; F2: fraude a 2,1%; e F5: fraude a 5,2%. Fonte: Do autor, 2019.

Previamente fraudados, as mensurações qualitativa e quantitativa foram realizadas utilizando os métodos oficiais de álcool/Alizarol e acidez titulável, respectivamente (BRASIL, 1997). Os testes qualitativos foram executados como estabelece o Instituto Adolfo Lutz (2008). Já os testes de acidez titulável foram realizados conforme o Manual de Métodos Oficiais para Análise de Alimentos de Origem Animal (BRASIL, 2018).

Para os testes de acidez titulável, os valores considerados normais foram os obtidos entre o intervalo de 14 a 18 °D, já para leitura do teste com Alizarol, foram normais as amostras de tonalidade vermelho tijolo, podendo haver formação de grumos finos. Para resultados de alcalinidade e acidez acima da normalidade, foram obtidas, respectivamente, as tonalidades de amarelo ou marrom claro e roxo. Em casos de acidez elevada ou desequilíbrio salino, é esperado a formação de coagulação forte (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008; AMORIM 2017).

Ambos os testes foram realizados em triplicata. Para o método quantitativo, o valor final foi obtido pela média dos resultados encontrados, ao passo que para o qualitativo o valor final foi obtido a partir da maior prevalência nos resultados obtidos para cada fraude.

### 3 RESULTADOS

As amostras de leite identificadas como CX2 e CX3 apresentaram padrões de normalidade nos testes de acidez titulável e alizarol, e foram utilizadas, respectivamente, como matéria prima para fraude com sal de cozinha e bicarbonato. Já o produto identificado como CX1, utilizado nas fraudes de peróxido de hidrogênio e hipoclorito de sódio, foi titulado como ácido pelo teste de quantitativo e normal pelo teste qualitativo.

Os resultados obtidos demonstram que amostras fraudadas com peróxido de hidrogênio P.A produziram uma discreta diminuição da acidez Dornic nos teste de acidez titulável. Quando comparado aos resultados do teste controle (CT), a variação dos resultados se mantiveram entre 0,6 a 1,6 °D. Já nos testes de Alizarol não foram observadas presenças de grumos e as colorações se mantiveram a mesma do CT, vermelho-tijolo.

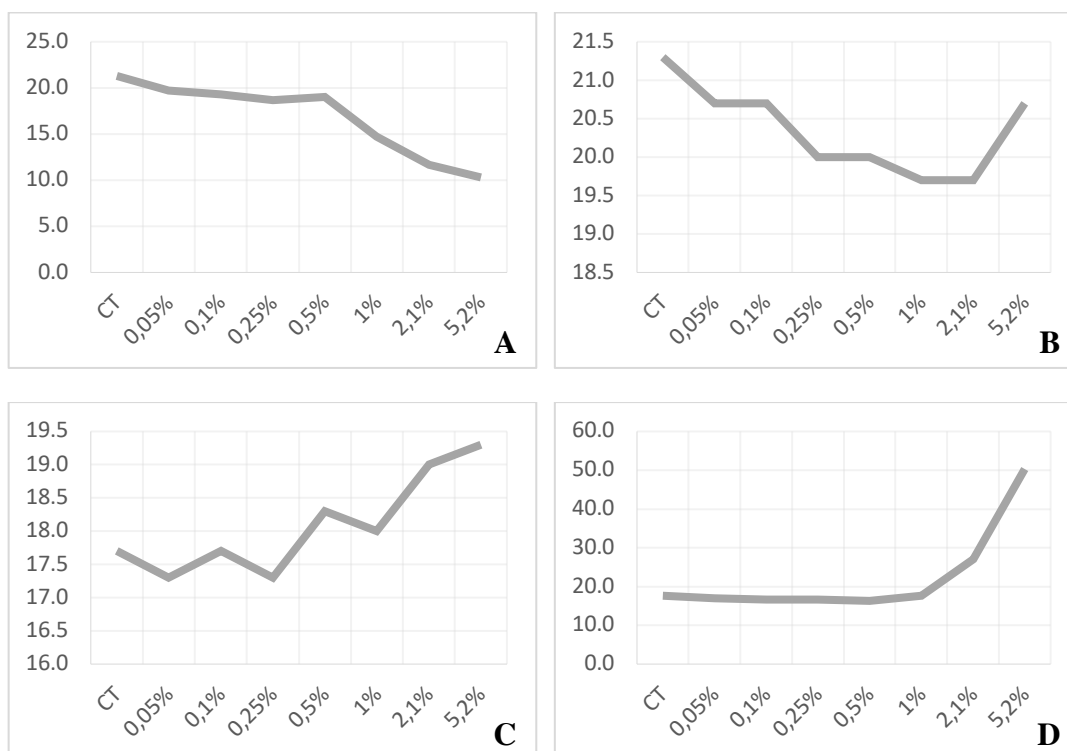
**TABELA 2 – Resultados de acidez titulável em graus Dornic por fraude e concentração**

Id	Peróxido de hidrogênio P.A		Hipoclorito de sódio P.A		Sal de cozinha (NaCl e Iodo)		Bicarbonato	
	CX1		CX1		CX2		CX3	
CT	21,3 °D	V, SG	21,3 °D	V, SG	17,7 °D	V, SG	17,6 °D	V, SG
F005	20,7 °D	V, SG	19,7 °D	V, SG	17,3 °D	V, SG	17,0 °D	V, SG
F01	20,7 °D	V, SG	19,3 °D	V, SG	17,7 °D	V, CG	16,7 °D	V, SG
F025	20,0 °D	V, SG	18,7 °D	V, SG	17,3 °D	V, CG	16,7 °D	V, SG
F05	20,0 °D	V, SG	19,0 °D	V, SG	18,3 °D	V, CG	16,3 °D	R, SG
F1	19,7 °D	V, SG	14,7 °D	R, SG	18,0 °D	V, CG	17,7 °D	R, CG
F2	19,7 °D	V, SG	11,7 °D	R, SG	19,0 °D	A, CG	27,0 °D	R, CG
F5	20,7 °D	V, SG	10,3 °D	R, SG	19,3 °D	A, CG	50,3 °D	R, CG

Id: identificação da mostra; CT: teste controle, mensuração da acidez da amostra sem a presença da fraude intencional; F005: fraude a 0,05%; F01: fraude a 0,1%; F025: fraude a 0,25%; F05: fraude a 0,5%; F05: fraude a 0,5%; F1: fraude a 1%; F2: fraude a 2,1%; F5: fraude a 5,2%; CX1: embalagem de leite UHT nº 1; CX2: embalagem de leite UHT nº 2; CX3: embalagem de leite UHT nº 3; °D: graus Dornic; V: vermelho tijolo; A: amarelo; R: roxo; SG: sem presença de grumos; e CG: com presença de grumos. Fonte: Do autor, 2019.

As fraudes produzidas com hipoclorito de sódio P.A produziram acentuada diminuição na acidez titulável relativo à concentração da fraude, sobretudo para as concentrações 1% (F1), 2,1% (F2) e 5,2% (F5), que se distanciaram respectivamente do CT em 6,6, 9,6 e 11,0 °D, (Tabela 2). Para as demais concentrações, houve diminuição da acidez, porém a distância do CT se manteve entre 2,3 e 2,6 °D. Os testes de Alizarol obedeceram ao mesmo padrão observado no teste quantitativo, apresentando grumos e variações de coloração em tons de roxo a partir de 1% (F1). As demais fraudes preservaram os resultados do CT, apresentando coloração vermelho-tijolo sem a presença de grumos, com discreta variação nos tons de vermelho.

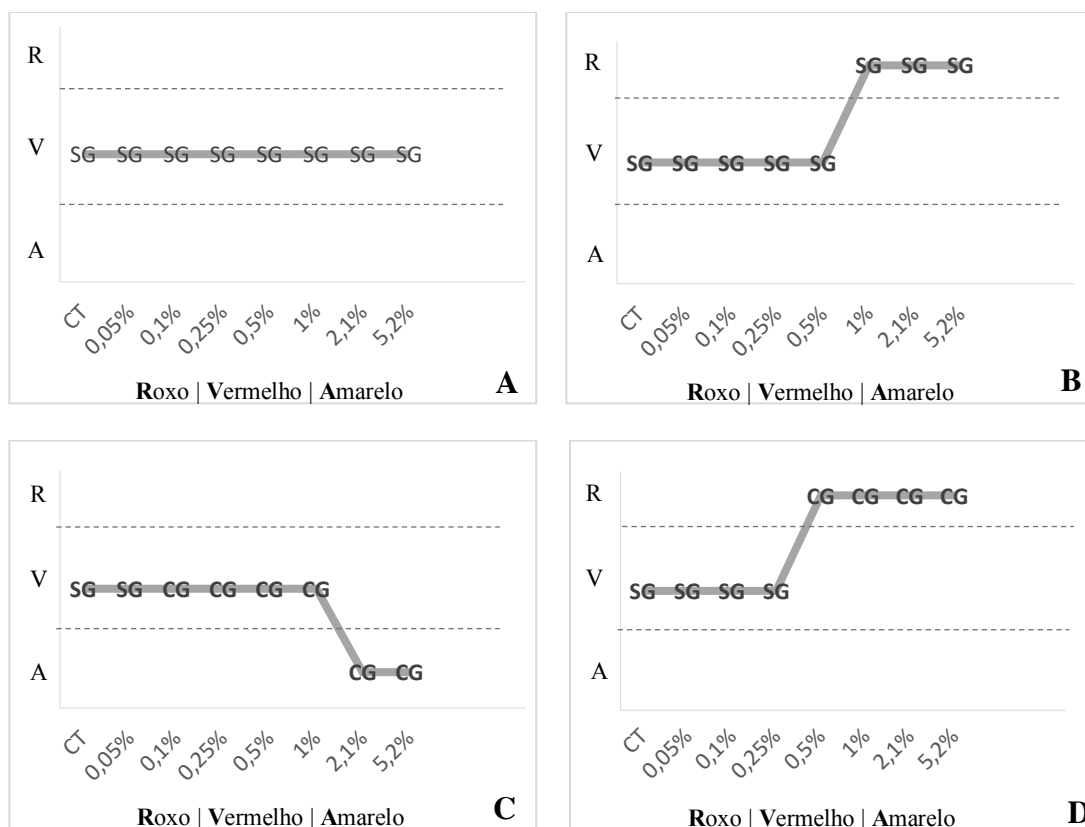


**FIGURA 1 – Representação gráfica dos resultados de acidez titulável**

A: Hipoclorito de sódio; B: Peróxido de hidrogênio; C: Sal de cozinha; D: Bicarbonato; e CT: teste controle. Fonte: Do autor, 2019.

Os testes de acidez titulável das fraudes de sal de cozinha (NaCl e Iodo) obtiveram valores iguais ou muito próximos ao CT para fraudes até 0,25% (F025), enquanto que acima dessa concentração foi observado um aumento discreto da acidez, relativo a concentração da fraude, com aumento de até 1,6 °D para maior concentração, 5,2% (F5). Já os testes de alizarol mantiveram tonalidades da coloração vermelho-tijolo para concentrações de até 1% (F1). No entanto, a partir de 0,01% (F01) foram observados o aumento da concentração de grumos proporcionalmente ao aumento da concentração da fraude. Já a coloração mudou para amarelo a partir da concentração de 2,1%, que corresponde aos valores 19 e 19,3°D no teste quantitativo de F2 e F5, respectivamente.

**FIGURA 2 – Representação gráfica dos resultados do Alizarol**



A: Peróxido de hidrogênio; B: Hipoclorito de sódio; C: Sal de cozinha; D: Bicarbonato; CT: teste controle; SG: sem presença de grumos; e CG: com presença de grumos. Fonte: do autor, 2019.

As fraudes com bicarbonato apresentaram duplo padrão nos testes quantitativos. Para fraudes até 0,5% (F05), foi percebido o padrão de queda da acidez relativa ao aumento da concentração. Para essas fraudes foram obtidas variações do CT na ordem de 0,6 e 1,3 °D para a menor concentração (F005) e maior concentração (F05) deste segmento. A partir da concentração 1% (F1) foi observado a retomada da acidez obtida no CT e o aumento da acidez em altas proporções para F2 e F5, que obtiveram resultados na ordem de 27 e 50,3 °D, respectivamente. Já para os testes de Alizarol, a coloração vermelha-tijolo e a ausência de grumos obtidas no CT foi persistente até F025. As fraudes com concentração a partir de 0,5% (F05) apresentaram coloração de tons de roxo com presença de grumos para F1, F2 e F5.

Por fim, as fraudes de bicarbonato F05, F1, F2 e F5 apresentam divergência entre os testes qualitativos e quantitativos, visto que os testes de Alizarol titulam as fraudes a partir de F5 como alcalinas. Os testes de acidez titulável consideram F1 dentro dos padrões normais e F2 e F5 como sendo ácidas.

#### 4 DISCUSSÃO

O presente trabalho constatou que os testes de Dornic e Alizarol possuem sensibilidade na detecção de fraudes com sal de cozinha (NaCl+Iodo) para concentrações acima de 0,1%, sobretudo pelo teste de estabilidade do leite por adição de solução Alizarol, não sendo responsivo para fraudes de 0,05%. Os resultados de WANDERLEY *et al.* (2013) corroboram com os valores encontrados no presente estudo, visto que ao fraudar amostras de Leite Integral UHT com 0,06% cloreto de sódio (NaCl) os referidos autores relatam não haver mudanças na estabilidade e acidez titulável da amostra em questão.

A perda da estabilidade do leite frente a adição do cloreto de sódio ocorre pelo desequilíbrio salino do meio, que leva a dissociação do fosfato de cálcio coloidal das micelas de caseína e ao enfraquecimento das ligações entre as submicelas. Tal ação está ainda ligada ao pH do leite que, quando ácido, promove o enfraquecimento das ligações entre as micelas em virtude do aumento do cálcio iônico e da hidratação da caseína (AWAD *et al.*, 2007; TEIXEIRA, 2019). O álcool presente no meio promove a coagulação pela hidrólise na caseína e precipitação do cálcio solúvel na micela, levando a formação do coágulo a frio (O'CONNELL *et al.* 2006).

Não obstante, os resultados encontrados por TEIXEIRA (2019) em adulteração por cloreto de sódio são iguais aos encontrados no presente estudo para as concentrações entre 0,1 e 1%. As demais concentrações divergem nos resultados de estabilidade e cor. O autor relata perda de estabilidade pelo teste de Alizarol a 74% v/v em todas as concentrações de seu estudo (0,01%, 0,05%, 0,1%, 0,5%, 1%, 2% e 3,5%). Em relação a coloração, o autor relata a permanência da cor vermelho-tijolo. O presente estudo diverge no que tange a ausência de precipitação em fraudes 0,05% e coloração em fraudes a 2,1%.

A divergência do resultado de estabilidade do presente estudo com TEIXEIRA (2019) pode ser explicada pela baixa concentração do álcool utilizado neste estudo (68%), conforme conclui MAGRI (2015) em sua pesquisa ao evidenciar a forte correlação da concentração do álcool Alizarol com o favorecimento da instabilidade da micela no teste qualitativo. Quanto a indicação colorimetria em fraude a 2,1%, a divergência de resultados pode estar ligada ao pH inicial da amostra, não sendo possível comparar tais valores pela ausência do controle de pH no presente estudo e acidez titulável no estudo de TEIXEIRA (2019).

As fraudes produzidas com bicarbonato apresentaram valores divergentes do esperado para o teste quantitativo em concentrações a partir de 2,1%, visto que a literatura aponta a fraude com bicarbonato sendo comumente utilizada para diminuir a acidez, que se eleva em resposta ao processo fermentativo da lactose, realizado por bactérias lácticas presentes naturalmente no leite cru ou pasteurizado, e em maior número em ordenha de baixa qualidade higiênico-sanitária

(TRONCO, 2018). Em baixas concentrações WANDERLEY *et al.* (2013) relata em seus estudos que amostras fraudadas a 0,06% com bicarbonato apresentam ligeira diminuição na acidez titulável. Os resultados do presente estudo colaboram com os achados do referido autor, sendo possível observar este acontecimento no resultado obtido no presente estudo para concentração aproximada (0,05%).

Tendo em vista a divergência dos resultados com a literatura, no que tange os resultados obtidos em fraudes com bicarbonato em altas concentrações (1%, 2,1% e 5,2%), foram utilizadas em todas as concentrações do presente estudo fitas McolorpHast pH0-14 para mensuração do pH das amostras após a adição do bicarbonato. Os resultados demonstram haver aumento do pH na ordem de um (pH 8 ) a dois pontos (pH 9) em relação ao teste controle (pH 7) em concentrações de 0,5% a 5,2% da substância fraudulenta. Portanto, os testes qualitativos das amostras tituladas acompanham os resultados obtidos nas fitas de mensuração, visto que a coloração obtida aponta alcalinidade da amostra (roxo).

Em seus estudos, SILVA *et al.* (2015) relatam haver sensibilidade do teste quantitativos na detecção de hidróxido de sódio P.A (NaOH) em concentrações de 0,05%, 0,10%, 0,25%, 0,5% e 1% de leite integral UHT. Em seus achados, os testes Dornic apresentaram valor abaixo da normalidade (14°D) ou não foram lidos pela permanência rósea à adição de fenolftaleína ao leite, indicando solução demasiadamente alcalina.

Os resultados de SILVA *et. al* (2013) e o presente trabalho são divergentes, visto que em um meio alcalino a adição de solução Dornic (NaOH 0,11n) durante o procedimento de titulação deveria elevar a alcalinidade. TRONCO (2018) aponta que o ponto de viragem da fenolftaleína requer pH entre 8,3 e 8,6, sendo estes valores relativos a concentrações de sais e proteínas, quantidade de fenolftaleína utilizada e a tonalidade esperada. A prova titulação quantitativa da acidez está fundamentada na neutralização da acidez por meio do uso de hidróxido de sódio (NaOH N/9 ou solução Dornic) que, a cada 0,1 ml, representa a neutralização de 0,1g de ácido láctico por litro. Esta reação é proporcionada pelos componentes naturais do leite, estes contribuem para a acidez do leite nas seguintes proporções: dióxido de carbono (0,01 – 0,02%); caseína (0,05 – 0,08%); albumina (0,01%); citratos (0,01%); e fosfatos (0,06-0,12%) (TRONCO, 2018).

Os presentes resultados demonstram o maior consumo de solução Dornic até que o ponto de viragem de cor da fenolftaleína seja expresso para os pH das concentrações entre 1% e 5,2%. Os resultados sugerem haver a complexação da fenolftaleína as demais substâncias do leite em presença do bicarbonato, esta por sua vez, impede a viragem de cor da solução em pH alcalino (8,3 a 8,6). Contudo, após adição de grande volume de NaOH N/9 a complexação é

desfeita ocasionando a viragem de cor de forma tardia. Não obstante, não há relatos na literatura de tal acontecimento, tão pouco fraudes de leite integral com concentrações de bicarbonato em altas concentrações. Por tanto, em virtude da rica composição do leite, além dos estabilizantes presentes no leite integral UHT, não é possível afirmar, a partir dos testes realizados, quais as reações químicas ou substâncias que levaram a este acontecimento.

As substâncias inibidoras são comumente utilizadas para buscar a conservação do produto (TRONCO, 2018). Os resultados do presente estudo demonstram a baixa sensibilidade dos testes oficiais quantitativos e qualitativos em fraudes com peróxido de hidrogênio, não sendo estes responsivos a detecção de fraude para as concentrações utilizadas no estudo. Os resultados encontrados por SILVA *et al.* (2015) reafirmam a incapacidade de detectar alterações físico-químicas por meio dos testes oficiais de estabilidade e acidez titulável em concentrações de 0,0015%, 0,003% e 0,015%.

Nas fraudes com hipoclorito de sódio os testes oficiais se mostraram eficientes na detecção das concentrações superiores a 1%, não sendo sensível as fraudes entre as concentrações de 0,05 a 0,5%. WANDERLEY *et al.* (2013) encontrou resultados semelhantes para o teste de estabilidade e acidez titulável em fraudes com cloro (Cl) a 0,4%. SILVA *et al.* (2015) relata em seus resultados que não houve alterações físico-químicas para as concentrações utilizadas (0,0013%, 0,0026% e 0,013%), sendo ainda evidenciada a eficiência inibidora pela significativa redução de microrganismos aeróbios mesófilos em baixas concentrações (0,013%).

Portanto, para fraudes com peróxido de hidrogênio e hipoclorito de sódio os resultados reafirmam a necessidade do uso do teste oficial específico para detecção das substâncias inibidoras em questão. No entanto, SILVA *et al.* (2015) aponta que a concentração mínima para detecção de peróxido de hidrogênio e hipoclorito de sódio em testes oficiais específicos é de 0,003% e 0,013%, respectivamente. Não obstante, os estudos dos autores revelam que, após 24h de refrigeração para peróxido de hidrogênio e 48h para hipoclorito de sódio, não há mais detecção da substância fraudulenta pelos testes específicos, dificultando assim os trabalhos de vigilância sanitária.

## 5 CONCLUSÃO

Os testes oficiais se mostraram parcialmente eficazes para as fraudes com sal de cozinha, hipoclorito de sódio e bicarbonato de sódio para concentrações deste estudo.

Os testes de Alizarol mostraram ter melhor sensibilidade para detecção de sal de cozinha quando comparado aos testes de acidez titulável. Já em fraudes com peróxido de hidrogênio, as

provas qualitativas e quantitativas demonstraram ser ineficazes na detecção da fraude para todas as concentrações utilizadas.

Em fraudes com hipoclorito de sódio ambos os testes são marcadores de fraudes sensíveis apenas em concentrações superiores a 1%, o que pode representar um risco a saúde do consumidor. Já fraudes produzidas com bicarbonato apresentam sensibilidade para os testes de Alizarol e baixa sensibilidade para os testes de Dornic, sendo necessário buscar mais estudos para esclarecer os motivos que levam a inversão do pH titulado pelo método Dornic em concentrações de bicarbonato superiores a partir de 1%.

Por fim, o presente estudo reafirma que o teste quantitativo e qualitativo são complementares, bem como aponta que baixas concentrações são empecilhos para o processo de fiscalização.

## REFERÊNCIAS

AMORIM, Amanda L. Borges do Carmo. **Avaliação da Presença de Substâncias Químicas em Leites Cru e Beneficiado Produzidos e Comercializados no Distrito Federal e Entorno**. 2017. Dissertação (Mestrado em Saúde Animal) – Faculdade de Agronomia e Veterinária, Universidade de Brasília. Brasília, 2017.

ANUÁRIO LEITE 2019: Novos produtos e novas estratégias da cadeia do leite para ganhar competitividade e conquistar os clientes finais. São Paulo: Texto Comunicação Corporativa, 2019. Disponível em:  
<<http://ainfo.cnptia.embrapa.br/digital/bitstream/item/198698/1/Anuario-LEITE-2019.pdf>>. Acesso em: 14 set. 2019.

AWAD, S. Effect of sodium chloride and pH on the rennet coagulation and gel firmness. **ScienceDirect**: Egypt, v.40, p.220–224, 2007.

BRASIL. Ministério da Agricultura. Decreto no 30.691 de 29 de março de 1952, alterado pelos Decretos no 1255 de 25 de junho de 1962, no 1236 de 2 de setembro de 1994, no 1812 de 8 de fevereiro de 1996, no 2.244 de 4 21 de junho de 1997 e no 9.013, de 29 de março de 2017. Regulamento da Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal - RIISPOA. **Diário Oficial da União**: Seção 1, Brasília, DF, n. 104, p.2, 01 de jun. 2017.

\_\_\_\_\_. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. **Manual de Métodos Oficiais para Análise de Alimentos de Origem Animal, 2018**. Disponível em  
<[http://www.agricultura.gov.br/assuntos/laboratorios/legislacoes-e-metodos/poa/copy3\\_of\\_Manualdemtodosoficiaisparaanlisedealimentosdeorigemanimal1ed.rev\\_.pdf](http://www.agricultura.gov.br/assuntos/laboratorios/legislacoes-e-metodos/poa/copy3_of_Manualdemtodosoficiaisparaanlisedealimentosdeorigemanimal1ed.rev_.pdf)> Acesso em: 10 ago. 2019.

\_\_\_\_\_. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Regulamento Técnico para Fixação de Identidade e Qualidade do Leite UHT (UAT): aprovado pela Portaria n. 370 de 04 de setembro de 1997. **Diário Oficial da União**: Seção 1, Brasília, DF, ano 1997, n. 172, p.19.700, 08 de set. 1997.

\_\_\_\_\_. Portaria do Ministério da Agricultura, Abastecimento e Reforma Agrária (MAARA) nº 146 de 07 de março de 1996. Aprova padrões microbiológicos, físicos e químicos para leite e derivados. **Diário Oficial**. Brasília, 11 de março de 1996, seção 1, p. 3977-3986.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz**. v. 1: Métodos químicos e físicos para análise de alimentos, 3. ed. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz. 2008.

MAGALHAES, L.A.L; SOUZA, S.M.O. Fraudes e Adulterações no Leite. **Anais do 14 Sítio de TCC e 7 Seminário de IC da Faculdade ICESP**. 2018(14); 1551-1557

MAGRI, Luiz Paulo. **Quantificação de Acidez Titulável e pH Utilizando Técnica Potenciométrica como Indicador de Qualidade do Leite Bovino**. 2015. Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia em Leite e Derivados) – Universidade Federal de Juiz de Fora, Faculdade de Farmácia e Bioquímica, Juiz de Fora, 2015.

O'CONNELL, J. E. *et al.* Influence of ethanol on the rennet- induced coagulation of milk. **Journal of Dairy Research**, v. 73, p. 312-317, 2006.

SILVA, Livia Cavaletti Corrêa da. **Capacidade de detecção de adulterações e suficiência das provas oficiais para assegurar a qualidade do leite pasteurizado**. 2013. Tese (Doutorado Ciência Animal) – Universidade Estadual de Londrina, Londrina, 2013.

SILVA, L. C. C.; TAMANINI, R.; PEREIRA, J. R. *et al.* Substâncias conservantes e neutralizantes no leite: sensibilidade analítica das provas oficiais específicas, provas inespecíficas, inibição microbiana e persistência de resíduos no leite. **Ciência Rural**. Santa Maria, v.45, n. 9, p.1613-1618, 2015.

SCHERER, Tamares. **Verificação Quantativa dos Métodos Qualitativos Oficiais para Detecção de Fraude em Leite**. 2015. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Química Industrial) – Centro Universitário UNIVATES, Lajeado, 2015.

TEIXEIRA, Renata Delgado. **Efeitos da Adição do Citrato de Sódio Sobre o Índice Crioscópico e a Estabilidade da Proteína do Leite**. 2019. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Medicina Veterinária) – Centro Universitário do Planalto Central Aparecido dos Santos, Brasília, 2019.

TRONCO, V. M. **Manual para Inspeção da Qualidade do Leite**. Santa Maria: UFMS, p. 108-139, 2018.

VISOTTO, Rafaella Guedes *et al.* Queijo Minas Frescal: perfil higiênico-sanitário e avaliação da rotulagem. **Revista do Instituto Adolfo Lutz**, v. 70, n. 1, p. 8-15, 2011.

WANDERLEY, Carolina Hood *et al.* Avaliação da sensibilidade de métodos analíticos para verificar fraude em leite fluido. **Revista de Ciências da Vida**, v. 33, n. 1/2, p. 54- 63, 2013.

### **Agradecimentos**

Gostaria de expressar minha gratidão a Deus, que me proporcionou vencer mais este desafio, e a Comunidade Novo Ardor, reflexo do amor d'Ele por mim. Estendo minhas condolências à minha família, sobretudo esposa e filhos, que me motivaram a galgar cada passo dado até aqui. Meus pais e irmãos, em especial minha irmã Raquel Macedo Cintra, que infelizmente faleceu antes de poder participar dessa conquista. Minha mãe, grande torcedora pelo meu sucesso, e meu pai, profissional que me inspirou a seguir essa profissão. A minha orientadora, Stefania Marcia de Oliveira Sousa, que com dedicação e prontidão proporcionou a melhor construção deste trabalho, e a professora Manuella Rodrigues de Souza Mello, que de forma solícita e gratuita colaborou para a vitória dos desafios encontrados ao longo deste estudo. Por fim, meu amigo e companheiro de tantas jornadas, Murilo Neves Borges de Oliveira, que por muitas vezes me ajudou completando com seu tempo de estudos o tempo que me faltava, sendo a ajuda necessária em momentos difíceis e o companheiro de conquistas e resultados alcançados.