



PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DE GOIÁS
ESCOLA DE ENGENHARIA
CURSO DE ENGENHARIA DE ALIMENTOS

**ESTUDO DA FREQUÊNCIA DE NÃO CONFORMIDADES NA MATÉRIA PRIMA
EM UM LATICÍNIO E PROPOSTAS DE AÇÕES CORRETIVAS**

Karolayne Silva de Oliveira

Goiânia
2021

PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DE GOIÁS
ESCOLA DE ENGENHARIA
CURSO DE ENGENHARIA DE ALIMENTOS

**ESTUDO DA FREQUÊNCIA DE NÃO CONFORMIDADES NA MATÉRIA PRIMA
EM UM LATICÍNIO E PROPOSTAS DE AÇÕES CORRETIVAS**

Karolayne Silva de Oliveira

Orientador (a): Ma. Maria Isabel Dantas de Siqueira

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao
Curso de Bacharelado em Engenharia de
Alimentos, como parte dos requisitos exigidos
para a conclusão do curso.

Goiânia
2021

OLIVEIRA, Karolayne Silva

Estudo da frequência de não conformidades na matéria prima em um laticínio e propostas de ações corretivas / ENG.

Goiânia: PUC Goiás -/- Escola Politécnica, 2021.

x, 52 f. : il.

Orientador: Maria Isabel Dantas de Siqueira

Trabalho de conclusão de curso (graduação) – PUC Goiás, Escola Politécnica, Graduação em Engenharia de Alimentos, 2021, 7p.

1. Leite; 2. Alizarol; 3. Acidez; 4. Crioscopia; 5. Antibiótico – TCC. I. Isabel Dantas de Siqueira, Maria. II. Pontifícia Universidade Católica de Goiás, Escola Politécnica. Graduação em Engenharia de Alimentos. III. Estudo da frequência de não conformidades na matéria prima em um laticínio e propostas de ações corretivas.

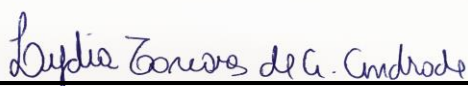
**ESTUDO DA FREQUÊNCIA DE NÃO CONFORMIDADES NA MATÉRIA PRIMA
EM UM LATICÍNIO E PROPOSTAS DE AÇÕES CORRETIVAS**

Karolayne Silva de Oliveira

Orientador (a):
Ma. Maria Isabel Dantas de Siqueira

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao
Curso de Bacharelado em Engenharia de
Alimentos, como parte dos requisitos exigidos
para a conclusão do curso.

APROVADO em 08/12/2021



Ma. Lydia Tavares de Araújo Andrade- SENAI GO



Prof^a Me. Lauro Bernardino Coelho Júnior- PUC GOIÁS



Prof^a Ma. Maria Isabel Dantas de Siqueira - PUC GOIÁS

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, agradeço a Deus por essa oportunidade de adquirir conhecimento e sabedoria, por seu amor incondicional que me sustenta e me auxilia nos momentos mais difíceis da minha vida.

Agradeço aos meus pais, Carlos Alberto de Oliveira e Selma Matilde Silva de Oliveira, que me deram toda a educação e todo o apoio em toda a minha jornada acadêmica.

Agradeço a minha ex-chefe Maria Aparecida Batista por me apresentar o curso de Engenharia de Alimentos e ter me influenciado a escolher essa profissão linda e de tão importância para a área alimentícia.

À professora Maria Izabel Dantas de Siqueira por todos os conhecimentos repassados e por todo o auxílio e paciência, por ser uma pessoa admirável e despertar em mim vontades de ir além.

Às minhas amigas universitárias, principalmente, Bianca, Sirlainy e Vitoria, por toda a amizade e o apoio que me prestaram desde o início da faculdade. E as que chegaram posteriormente, Amanda, Beatriz, Gabryella, Joyce, Luanna, Rafaella e Yasmin, pela incrível amizade construída, por todos os auxílios, incentivos, e por tantos momentos bons que me proporcionaram nesse tempo.

Agradeço ao meu namorado Carlos Eduardo, por todo o apoio, incentivo e paciência que teve comigo nestes momentos.

Aos meus amigos Beatriz Araújo, Lucas Luís e Guilherme Bringel por todas as palavras de apoio nos momentos mais difíceis da minha vida quando eu pensava em desistir de tudo. Nunca me esquecerei das amizades verdadeiras.

A todos os professores que lecionaram qualquer disciplina que fizeram parte da minha formação, e aos professores da banca examinadora por contribuírem nesta etapa importante para minha formação acadêmica. Enfim, a todas as pessoas que contribuíram para minha trajetória acadêmica.

RESUMO

Este estudo teve o objetivo avaliar as não conformidades e a frequência destas na matéria-prima leite de um laticínio nos parâmetros de alizarol, acidez, crioscopia e antibiótico durante um período de doze meses. Foram coletados dados de resultados de análise de um laticínio de grande porte que possui em média 200 fornecedores, esses dados se referem as análises individuais por fornecedores em período estipulado pela empresa, semestralmente, e análises realizadas, por compartimentos dos caminhões, mensalmente. Os resultados mostraram que as análises de alizarol, acidez e crioscopia realizadas semestralmente apresentaram maior quantidade de não conformidades em relação as por compartimentos, realizadas mensalmente. Porém, as análises por compartimento para o parâmetro de antibiótico, apresentou maior porcentagem de não conformidade do que as semestralmente. Das análises realizadas, a presença de antibióticos foi a que apresentou uma maior quantidade de não conformidades em relação as amostras por compartimentos, realizadas mensalmente. E a análise de acidez foi a que apresentou maior porcentagem de não conformidade nas amostras semestrais, individuais dos fornecedores. Como proposta de melhorias sugere-se aos fornecedores que haja um monitoramento, verificação e validação dos procedimentos de boas práticas com relação ao manejo da produção, em especial à higiene da ordenha e a alimentação dos animais, e o respeito ao período de carência dos antimicrobianos utilizados na bovinocultura. Conclui-se que a empresa em estudo possui o Plano de Qualificação de Fornecedores de Leite-PQFL e as ações preventivas e corretivas realizadas pelo laticínio reduzem as não conformidades na matéria-prima.

Palavras-chave: Leite; alizarol; acidez; crioscopia; antibiótico.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 Alizarol em leite com diferentes valores de pH.....	11
Figura 2 Crioscópio PZL.....	16
Figura 3 Milktech.....	19

LISTA DE QUADROS

Quadro 1. Fatores e influências sobre a acidez do leite	13
Quadro 2. Interpretação de resultados de valores de pH e da acidez do leite	15
Quadro 3. Principais características dos testes de triagem para detecção de resíduos de antibióticos no leite.	23
Quadro 4 Limites Máximos de Resíduos de antimicrobianos em leite estabelecidos pela ANVISA (PAMVET) e MAPA (PNCRC).	24

LISTA DE GRÁFICOS

Gráfico 1 Porcentagem de resultados de alizarol Conformes e Não Conformes no período de Outubro de 2020 à Outubro de 2021.....	31
Gráfico 2 Porcentagem de resultados de alizarol Conformes e Não Conformes do 2º Semestre de 2020 ao 2º Semestre de 2021.....	32
Gráfico 3 Porcentagem de valores de acidez Conformes e Não Conformes no período de Outubro de 2020 à Outubro de 2021.....	33
Gráfico 4 Porcentagem de valores de acidez Conformes e Não Conformes do 2º Semestre de 2020 ao 2º Semestre de 2021.....	34
Gráfico 5 Porcentagem de valores de crioscopia Conformes e Não Conformes no período de Outubro de 2020 à Outubro de 2021.....	36
Gráfico 6 Porcentagem de valores de crioscopia Conformes e Não Conformes do 2º Semestre de 2020 ao 2º Semestre de 2021.....	37
Gráfico 7 Porcentagem de resultados de antibiótico Conforme e Não Conformes no período de Outubro de 2020 à Outubro de 2021.....	39
Gráfico 8 Porcentagem de resultados de antibiótico Conformes e Não Conformes do 2º Semestre de 2020 ao 2º Semestre de 2021.....	40

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	1
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	3
2.1	INDÚSTRIA DE LATICÍNIOS	3
2.2	MATÉRIA-PRIMA	4
2.3	ANÁLISES DE ALIZAROL, ACIDEZ, CRIOSCOPIA E ANTIBIÓTICO	9
2.3.1	ALIZAROL	9
2.3.2	ACIDEZ	12
2.3.3	CRISCOPIA	15
2.3.4	ANTIBIÓTICO	19
2.4	PLANO DE QUALIFICAÇÃO DOS FORNECEDORES	25
3	UNIDADE EXPERIMENTAL	27
3.1	COLETAS DE DADOS	27
3.2	AVALIAÇÕES DOS PARÂMETROS COM MAIOR NÚMERO DE NÃO CONFORMIDADES	28
3.3	ELABORAÇÃO DE GRÁFICOS	28
3.4	ANÁLISE DOS RESULTADOS E PROPOSTAS DE MELHORIAS PARA REDUÇÃO DAS NÃO CONFORMIDADES	29
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	30
5	CONCLUSÃO	43
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	44
	APENDICE 1 - TERMO DE AUTORIZAÇÃO DE PUBLICAÇÃO DE PRODUÇÃO ACADÊMICA	51

1 INTRODUÇÃO

O leite é um produto oriundo da ordenha, segregado pelas glândulas mamárias, de alto valor nutritivo, possui cor branca, ligeiramente amarelada, odor suave e gosto adocicado. A média dos principais componentes do leite de diferentes raças é de 87,5% de água e 12,5% de matéria seca total contendo gorduras, proteínas (como albumina e caseína), carboidratos (lactose), cálcio, fósforo e vitaminas (SILVA, SILVA, FERREIRA, 2012).

A composição do leite pode variar de acordo com o estágio de lactação, no caso do colostro, a quantidade de proteína é maior e a de lactose é menor. Os fatores que podem interferir na composição do leite são a raça das vacas, a temperatura ambiente, a alimentação, o manejo e intervalo entre as ordenhas, a infecção da glândula mamária, entre outros fatores.

Nas indústrias de laticínios toda a matéria prima deve ser analisada na recepção sendo algumas análises exigidas pela legislação e outras determinadas pela própria empresa. Segundo a Normativa 76 e 77 as análises de rotina na recepção são: temperatura, gordura, proteína total, lactose, sólidos totais, sólidos não gordurosos, acidez titulável, estabilidade ao alizarol, densidade relativa, índice de crioscópio, neutralizantes e reconstituintes, resíduos de produto veterinário e contaminantes. Diariamente, essas análises são realizadas do leite amostrado por compartimento do caminhão de coleta (BRASIL, 2018a, BRASIL 2018b).

Na empresa em estudo, um laticínio de grande porte no estado de Goiás, que possui em média 200 fornecedores de leite, são realizadas análises físico-químicas e microbiológicas diariamente por compartimento do tanque dos caminhões. Semestralmente, são realizadas pelo laticínio, análises completas de todos os fornecedores, obtendo dados de gordura, densidade, proteína, lactose, sólidos totais, sólidos não gordurosos, acidez, crioscopia, ureia, pH, presença de adição de neutralizantes e reconstituintes, assim tendo como objetivo a garantia de qualidade da matéria-prima que está sendo adquirida.

As análises de antimicrobianos são realizadas segundo o programa de autocontrole da empresa, aprovado pelo MAPA, e são realizadas diariamente por compartimento para os antimicrobianos betalactâmicos e tetraciclina, que apresenta uma sensibilidade de 4 ppb e 100 ppb, respectivamente, e só são realizados individualmente para os produtores da amostra em estudo caso apresente positivo, sendo que os produtores são identificados através do programa

de controle de rota. Mensalmente esta análise é realizada também para outros 2 princípios quinolona e sulfonamidas.

Foi observado que o maior volume de descarte de leite na recepção é ocasionado devido à instabilidade em alizarol, acidificação, fraudes por adição de água ou reconstituintes e presença de antimicrobianos. Uma matéria-prima leite não conforme pode gerar grandes transtornos, com o descarte do leite não conforme, além do prejuízo de desperdício de leite, as coletas de leite nos produtores que apresentaram desvios devem ser suspensas até a sua normalidade, assim causando grandes prejuízos econômicos.

As análises de leite apesar de metodologias padronizadas e aceitas pelos órgãos fiscalizadores podem dar resultados falsos positivos ou falsos negativos, sendo que a avaliação do leite deve ser baseado em mais de uma análise. Resultados falsos positivos ou falsos negativos prejudicam tanto os produtores quanto a indústria, assim uma gestão dos resultados de mais de uma análise de um parâmetro auxiliará na redução destes prejuízos.

Para minimizar os resultados falsos negativos e falsos positivos das análises propostas, devem ser observadas as principais causas, sendo elas devido a falhas no manejo de ordenha ou uma refrigeração ineficiente, erros que envolvem diversas origens como a dos erros analíticos, instrumentos, do processo de medida, e reduzi-las a fim de evitar um possível prejuízo econômico ocasionado pelo descarte do leite.

Assim o objetivo deste estudo é avaliar as não conformidades e a frequência destas na matéria-prima leite de um laticínio nos parâmetros de alizarol, acidez, crioscopia e antibiótico durante doze meses, através da análise de resultados individuais dos fornecedores e por compartimentos dos caminhões, e analisar as principais prováveis causas propondo ações corretivas para minimizar ocorrências de descarte, e sugestões para reduzir estas ocorrências no campo.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 INDÚSTRIA DE LATICÍNIOS

O leite é um alimento de grande importância na nutrição humana, devido ao seu elevado valor nutritivo. Como fonte de proteínas, lipídios, carboidratos, minerais e vitaminas, o leite torna-se também um excelente meio para o crescimento de vários grupos de microrganismos desejáveis e indesejáveis (SOUZA *et al.*, 1995).

Desde o nascimento do ser humano, o leite apresenta-se quase indissociável de sua alimentação. Os avanços nas técnicas relacionadas às etapas de produção processamento e distribuição de leite têm favorecido ainda mais o seu consumo humano, particularmente o de origem bovina. (SOCIEDADE BRASILEIRA DE FARMACOGNOSIA, [201-]).

Além de ser essencial como fonte de alimentação no início da vida, o leite também é base de laticínios como a manteiga, o queijo e o iogurte. Pode-se perceber a frequência do uso dos derivados do leite nas indústrias alimentícias, químicas e farmacêuticas para a fabricação de produtos como o leite condensado, leite em pó, soro de leite, caseína ou lactose (SOARES, 2012).

O agronegócio brasileiro tem se mostrado cada vez mais robusto apresentando recordes de produtividade responsáveis por contribuir fortemente para o Produto Interno Bruto (PIB) nacional. A diversidade de segmentos dentro desse campo é uma precedência que possibilita um equilíbrio de produtos para consumo interno bem como para exportação (ALVARENGA; GAJO; AQUINO, 2020).

A indústria de laticínios é de grande importância para o Brasil devido ao suprimento de produtos de alto valor nutricional e à geração de emprego e renda nos meios rural e urbano. O setor de lácteos, composto por leite e seus derivados (como creme de leite, leite em pó, iogurte, manteiga e queijos), O Brasil está entre os cinco maiores produtores mundiais, com 34 bilhões de litros, sendo Minas Gerais, o maior produtor nacional e Goiás o 4°. Atualmente a produção de leite está presente em todo o território nacional e em mais de 99% dos municípios brasileiros (ALVARENGA; GAJO; AQUINO, 2020; CARVALHO, 2010; FGV, [20--]; LIMA; PEREZ; CHAVES, 2017).

A cadeia produtiva do leite possui uma complexidade ímpar dentro da indústria de alimentos. Essa complexidade se inicia no elo de produção primária, sendo que a produção

leiteira nacional conta com uma grande diversidade estrutural. O mercado de leite brasileiro é caracterizado por uma heterogeneidade no que se refere ao perfil dos produtores. Há a presença de grandes, médios, pequenos e micros produtores, sendo que estes apresentam características especializadas e não especializadas de produção (CARVALHO, 2010; SOUZA; AMIN; GOMES, 2009).

A indústria, ciente que seu controle deve ser feito antes mesmo da chegada do leite para processamento, deve garantir a higiene na obtenção do leite, matéria-prima para a produção dos laticínios, a adequada classificação e refrigeração, bem como o transporte em ambiente limpo e refrigerado (INDÚSTRIA..., 2018).

As etapas de processamento, induzem à alterações bioquímicas, físico-químicas, microbiológicas, nutricionais, sensoriais e reológicas (no comportamento mecânico) que podem comprometer a qualidade do produto final. A química do leite tornou-se muito importante para a garantia de qualidade e o desenvolvimento de produtos em laticínios. Assim, o estudo da química do leite envolve especialistas em diversas áreas, em razão da complexidade das interações entre os constituintes do leite e os tratamentos tecnológicos empregados (SOCIEDADE BRASILEIRA DE FARMACOGNOSIA, [201-]).

Aliada a legislação vigente Instrução Normativa nº 76 do Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento (IN 76/2018) existem instrumentos legais e orientações para produção de alimentos seguros, geralmente definidos como “códigos de práticas higiênicas”, ou boas práticas de produção (BPP), agropecuárias (BPA) ou de fabricação (BPF), e os sistemas de análise de perigos e pontos críticos de controle (APPCC) que estabelecem controles desde a produção até a comercialização, tem demonstrado sua efetividade especialmente nos segmentos de manufatura e distribuição de alimentos (BRASIL, 2018a; BRITO, 2008).

2.2 MATÉRIA-PRIMA

O RIISPOA- Regulamento de Inspeção Sanitária de Produtos de Origem Animal, do Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento define leite como:

"Entende-se por leite, sem outra especificação, o produto oriundo da ordenha completa, e ininterrupta, em condições de higiene, de vacas sadias, bem alimentadas e descansadas. O leite de outros animais deve denominar-se segundo a espécie de que proceda." (BRASIL, 2017, Art. 475)

O leite deve ser produzido de forma adequada, isento de substâncias estranhas e não conter colostro. É um líquido branco, opaco, duas vezes mais viscoso que a água, de sabor ligeiramente adocicado e de odor pouco acentuado (OLIVEIRA *et al*, 2015).

O leite é uma mistura homogênea de coloração branca opaca, resultante da dispersão da luz em seus vários componentes que participam da sua formação físico-química, é duas vezes mais viscoso que a água, de sabor ligeiramente adocicado e de odor pouco acentuado. É composto por mais de 100.000 tipos de diferentes moléculas, em que cada uma delas apresenta uma função específica, constituindo assim, um dos alimentos mais completos que se conhece e oferecendo ainda, a possibilidade de processamento industrial para a obtenção de diversos produtos para a alimentação humana (VALSECHI, 2001).

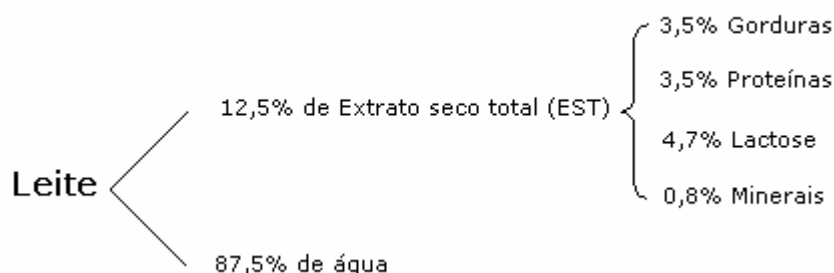
A produção e a composição do leite de vaca são influenciadas por vários fatores ligados ao indivíduo, como espécie, raça, estágio de lactação, número de lactações, idade, fatores ambientais, como temperatura, umidade, radiação solar, fatores fisiológicos e patológicos, como porção da ordenha, presença de mastite, fatores nutricionais e relacionados ao manejo, como intervalo entre ordenhas, persistência de lactação e relação volumoso: concentrado da dieta (MILANI, 2011).

A qualidade higiênica do leite é influenciada principalmente pelo estado sanitário do rebanho, pelo manejo dos animais e dos equipamentos durante a ordenha, e pela presença de microrganismos, resíduos de drogas e odores estranhos. As propriedades do leite são determinadas por seus constituintes e por qualquer processo ou operação que, alterando esses constituintes, possa interferir nelas (BRITO; BRITO, 1998).

Porém, em média, o leite está formado por 87,5% de água e 12,5% de substâncias sólidas, que se denomina Extrato Seco Total (EST) e representa a parte nutritiva do leite. No caso do gado leiteiro, as diferenças são principalmente nos teores de gordura e proteínas, sendo estes os componentes que são utilizados como base para o pagamento dos produtores (GONZÁLEZ; CAMPOS, 2003; HARDING, 1995; VALSECHI, 2001).

Esquemáticamente a composição do leite é mostrada na Figura 1.

Figura 1. Composição do leite bovino



Fonte: SOUZA, NEVES [20--].

O leite *in natura*, para ser considerado em condições adequadas de consumo e de boa qualidade para ser processado na indústria, deve apresentar teores dentro dos padrões preconizados pela Instrução Normativa de Número 77 (IN77). Tais parâmetros, estipulados pela legislação, serve de indicador para serem conferidas as reais condições em que o leite foi obtido, processado ou até mesmo comprovar alguma alteração por fraude (BRASIL, 2018b; SILVA, SILVA, FERREIRA, 2012).

Simplificadamente, a qualidade do leite pode ser analisada seguindo dois pontos principais. O primeiro é o aspecto higiênico, referente a manejo e o segundo referente à análise da composição físico-química que está relacionada a sólidos totais/desengordurados, lactose, proteínas e níveis de gordura, onde ambos terão influência significativa nas propriedades nutritivas, sensoriais e de processamento do leite (BRITO; DIAS, 1998).

Para a indústria processar leite ou elaborar derivados lácteos em conformidade com os padrões recomendados, é necessário que a matéria prima apresente excelentes características sensoriais, com baixas contagens de microrganismos e de células somáticas e que não contenha resíduos de medicamentos ou substâncias adulterantes (PHILPOT; NICKERSON, 2002).

O processamento tecnológico não tem como objetivo reparar problemas da matéria-prima. Todo processo de transformação visa à obtenção de um produto diferenciado, que apresente características físico-químicas, microbiológicas e sensoriais estabelecidas, garantindo assim a segurança e a satisfação do mercado consumidor. Para isso é fundamental o controle inicial da matéria-prima (CORTEZ, 2008).

Os testes empregados para avaliar a qualidade do leite fluido constituem normas regulamentares em todos os países, havendo pequena variação entre os parâmetros avaliados

e/ou tipos de testes empregados. De modo geral, são avaliadas características físico-químicas e sensoriais como sabor, odor e são definidos parâmetros de baixa contagem de bactérias, ausência de microrganismos patogênicos, baixa contagem de células somáticas, ausência de conservantes químicos e de resíduos de antibióticos, pesticidas ou outras drogas (BRITO, BRITO, 2001).

As análises diárias da recepção do leite cru refrigerado por lotes de matéria-prima recebido e respectivos padrões estabelecidos pela IN 76 e IN 77 são (BRASIL, 2018a, BRASIL 2018b):

- Temperatura (exceto para latões entregues sem refrigeração);
- Teste do álcool/alizarol na concentração mínima de 72% v;
- Acidez titulável; 0,14 - 0,18 g ác. láctico
- Índice crioscópico; $-0,530^{\circ}\text{H}$ - $-0,555^{\circ}\text{H}$
- Densidade relativa a 15 °C ; 1,028 - 1,034 g/cm³
- Teor de gordura, Mín 3% gordura
- Teor de sólidos totais Mín 11,4%
- Teor de sólidos não gordurosos Mín 8,4%
- Pesquisas de neutralizantes de acidez;
- Pesquisas de reconstituintes de densidade ou do índice crioscópico;
- Pesquisas de substâncias conservadoras;
- Resíduos de antibióticos.

O produto não deve apresentar substâncias estranhas à sua composição, como agentes inibidores do crescimento microbiano, neutralizantes da acidez nem resíduos de produtos de uso veterinário (BRASIL, 2018a, BRASIL 2018b).

As análises de antibióticos devem contemplar no mínimo dois princípios ativos a cada recebimento. Em frequência determinada pela própria indústria, deve haver análises para todos os grupos de antimicrobianos para os quais existam métodos de triagem. Essa frequência deve ser definida após consenso entre estabelecimento e serviços de inspeção (FAGNANI, 2019).

Segundo MAPA (2020a) os estabelecimentos industriais devem estabelecer frequência de análise de antimicrobianos em seu autocontrole, conforme disposto no artigo 33, parágrafo 2º da IN Nº 77/2018, através de levantamento periódico junto aos seus fornecedores das drogas comumente usadas no rebanho, bem como considerar o histórico de detecção de resíduos de antimicrobianos nas análises de recepção.

O estabelecimento que constatar não conformidade no leite analisado no caminhão ou compartimento de tanque ou conjunto de latões na recepção do leite deve proceder à avaliação individualizada das amostras dos produtores individuais ou dos tanques de uso comunitário referentes ao leite implicado, para fins de rastreabilidade e identificação de causas da não conformidade (BRASIL 2018b)

Segundo BRASIL (2018a), BRASIL (2018b) O controle da matéria-prima constante no programa de autocontrole do estabelecimento deve ter sua eficácia demonstrada pelos resultados das análises de qualidade realizados pela Rede Brasileira de Laboratórios de Qualidade do Leite - RBQL através de análises mensais de amostras individuais de cada resfriador/ produtor e compete ao estabelecimento a gestão e a execução dos procedimentos que garantam a aleatoriedade plena da coleta regular das amostras de leite cru refrigerado para envio à RBQL, assegurando que os produtores não tenham prévio conhecimento da data das coletas. As amostras previstas são:

- Teor de gordura: Mín 3% gordura
- Teor de proteína total: Mín 2,9% Prot;
- Teor de lactose anidra: Mín 4,3 Lactose.
- Teor de sólidos não gordurosos: Mín 8,4%
- Teor de sólidos totais: Min 11,4%
- Contagem de células somáticas: <500.000 cél./ml
- Contagem padrão em placas < 300.000 UFC/ml

Segundo FAGNANI (2019), MAPA (2020a) a CBT (Contagem bacteriana total) deve ser inferior a 300.000 UFC/ml, na média geométrica dos últimos 3 meses, ou seja, Contagem Padrão em Placas do mês corrente mais os resultados dos dois meses anteriores de análises, sendo que se ultrapassar esse parâmetro, ainda terá um mês para se adequar. Caso não

respeite esse prazo, o produtor terá a coleta de leite suspensa. Quanto a CCS (Contagem de células Somáticas) deve ser mantida CCS <500.000 cél./ml, também com o padrão de média geométrica trimestral. O não enquadramento da CCS não impedirá a coleta de leite, pois a redução da CCS é bem mais complexa e demanda algumas estratégias de médio e longo prazo.

O estabelecimento deve verificar, na propriedade rural, as condições de obtenção e conservação do leite sempre que os resultados das análises realizadas pela RBQL violarem os padrões estabelecidos em regulamentos específicos, de forma a implementar as ações corretivas necessárias (BRASIL, 2018b).

2.3 ANÁLISES DE ALIZAROL, ACIDEZ, CRIOSCOPIA E ANTIBIÓTICO

A análise dos aspectos físico-químicos do leite cru está relacionada tanto ao estado de conservação do leite, quanto à investigação de fraudes econômicas contribuindo para que o leite que chega ao laticínio possa ser beneficiado sem maiores transtornos e que possa gerar lucro para a empresa (AGNESE *et al.*, 2002).

O estabelecimento deve realizar análise individual do leite de todos os produtores para determinação do índice crioscópico, pesquisa de neutralizantes de acidez, reconstituintes de densidade ou do índice crioscópico e substâncias conservadoras, conforme cronograma definido no seu programa de autocontrole e sempre que for constatada não conformidade na análise individualizada realizada devem ser realizadas na captação subsequente todas as análises previstas no leite do produtor identificado, devendo este ser comunicado da anormalidade para que adote as ações corretivas necessárias para o atendimento aos padrões do leite (BRASIL, 2018b).

2.3.1 ALIZAROL

O Teste do Álcool/Alizarol é um dos parâmetros utilizados para avaliar a qualidade do leite no campo. Segundo a Instrução Normativa - IN 76 do Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento-MAPA, antes da coleta no campo, o leite deve ser homogeneizado e amostrado para realização da prova do álcool ou alizarol na concentração mínima de 72° GL, devendo o mesmo ser estável a esse teste. Considera-se estável o leite que não apresentar precipitação (BRASIL, 2018b).

Atualmente, as indústrias lácteas têm utilizado concentrações de álcool mais elevadas do que a mínima estabelecida pela legislação para avaliar a qualidade da matéria-prima, alguns laticínios utilizam concentrações de até 80° GL. O aumento da concentração de álcool eleva a sensibilidade do teste, a justificativa por parte da indústria é a obtenção de um leite de melhor qualidade, capaz de suportar processamentos térmicos mais severos (ZANELA; RIBEIRO; FISCHER, 2018).

O teste do alizarol, é uma prova rápida, que consiste numa solução alcoólica com alizarina é empregado para estimar a estabilidade térmica e o pH do leite. O leite que apresenta resultado positivo é rejeitado por ser considerado inapropriado para o beneficiamento (CONTI; SANTOS, 2009; SILVA *et al.*, 2006; SILVAH *et al.*, 2016).

A baixa qualidade higiênica do leite reduz seu pH por conta da fermentação da lactose em ácido lático, resultando em uma maior instabilidade das proteínas. O resultado desse teste indica a instabilidade das proteínas, o que compromete o processamento térmico do leite, pois a estabilidade térmica reduzida gera transtornos durante o processamento do leite, podendo resultar na floculação, além de prejuízos consideráveis em virtude do descarte (SILVA *et al.*, 2006; SILVAH *et al.*, 2016).

Segundo Conti e Santos (2009) trata-se de um teste com dupla função, sendo que a solução alcoólica desidrata o leite, simulando o processo de aquecimento que o leite será submetido na indústria, enquanto a alizarina atuará como indicador de pH por meio de cor.

A preparação da solução de alizarol, segundo a regulamentação vigente, é realizada através da mistura entre o álcool etílico (neutralizado com concentração variável entre 72 e 80% em °GL) e a alizarina (1,2dihidroxi-antraquinona – $C_{14}H_8O_4$), o que permite observar simultaneamente a floculação da caseína, que é percebida pela formação de grumos e mudança de coloração devido ao pH (BRASIL, 2006a).

A alizarina no alizarol atua como indicador de pH, auxiliando na diferenciação entre problemas de coagulação por desequilíbrio salino quando a coloração vermelho-tijolo é normal; acidez, quando a coloração tende a amarelo ou, ainda, servindo como indicador de mastite, diluição ou fraude por adição de alcalinos ao leite, quando a coloração tende a lilás com a intensificação do problema. (RODRIGUES; FONSECA; SOUZA, 1995 *apud* VIEIRA *et al.*, 2014)

Este teste é realizado misturando partes iguais de solução de alizarol e de leite em um tubo de ensaio, e após agitação é observado o resultado pela coloração e aspecto. Como mostrado na Figura 1, o leite normal apresenta coloração vermelho tijolo, sem grumos ou com uma ligeira precipitação, com poucos grumos muito finos na parede do tubo de ensaio. O leite ácido apresenta uma tonalidade entre o marrom claro e amarelo. Na acidez elevada a coloração é amarela, com coagulação forte. O leite alcalino apresenta coloração lilás à violeta (BRASIL, 2006b).

Figura 1 Alizarol em leite com diferentes valores de pH



Fonte: SANTOS SILVA *et al*, 2013

É comum encontrar leite ácido e positivo para o teste do álcool, cujas causas podem ser falhas no manejo de ordenha ou a refrigeração ineficiente, os quais resultam em maior contagem bacteriana, maior acidez e aumento da atividade de enzimas proteolíticas que agem degradando o leite. Entretanto, resultados positivos para leite instável sem acidez adquirida também são comuns e suas causas são atribuídas a diversos fatores (CONTI; SANTOS, 2009).

Segundo Zanela; Ribeiro; Fischer (2018) trabalhos realizados em diversos países têm demonstrado a ocorrência de leite instável ao álcool sem acidez elevada, no Brasil esse leite foi denominado LINA (Leite Instável Não Ácido).

O leite pode estar instável por duas situações: Acidez de origem microbiológica ou Leite instável não ácido (LINA). Para diferenciar, faz-se o teste da fervura. Caso o leite coagule na fervura, trata-se de um caso de acidez microbiológica; sem coágulos, trata-se de um caso de LINA (EDUCAPOINT, 2019).

Apesar do LINA não apresentar nenhum risco a saúde humana, o mesmo geralmente não é captado pela indústria visto que pode coagular durante o processamento. Estudos demonstraram que o teste do álcool apresenta pouca confiabilidade para estimar a estabilidade térmica do leite e que a coagulação do leite durante o teste do alizarol pode resultar em “falso positivo”. Assim, o LINA poderia ser aproveitado e processado na indústria, sem apresentar maior risco de coagulação em relação ao leite estável ao teste do alizarol (MARTINS,2017).

Vários fatores podem contribuir para reduzir a capacidade do teste do álcool/alizarol em estimar a estabilidade térmica do leite, tais como fatores relacionados aos mecanismos de ação sobre a micela de caseína, proteínas do soro, e os íons livres, e também a diferenças de interpretação humana nos resultados. Por se tratar de uma avaliação visual (presença ou não de coágulos), pode haver alterações dependendo da pessoa que realiza o teste. Além disso, outros fatores como temperatura da amostra, qualidade do álcool e tempo de realização da análise após coleta podem alterar o resultado do teste do alizarol (MARTINS, 2017).

2.3.2 ACIDEZ

A acidez do leite pode ser avaliada por meio da determinação do seu pH, em aparelhos apropriados, ou por métodos de titulação. Neste caso, a acidez é expressa em graus Dornic (°D) que é a unidade de valor do índice de acidez, quando a solução de hidróxido de sódio utilizada tem normalidade igual a N/9. A legislação brasileira considera normal o leite que apresenta acidez titulável entre 0,14 (quatorze centésimos) e 0,18 (dezoito centésimos) expressa em gramas de ácido láctico/100 mL, o que equivale entre 14 a 18°D. Esta acidez titulável, natural do leite (denominada também de acidez aparente), resulta da presença de CO₂, fosfatos, citratos, caseína e de outros constituintes de menor importância do leite. Estes compostos estão presentes na porção aquosa (soro) do leite e fazem parte dos "sólidos não-gordurosos". Portanto, o leite que contém grande quantidade de sólidos não-gordurosos pode apresentar acidez aparente mais alta que o normal. Fatores que podem ou não afetar a acidez natural do leite são apresentados no Quadro 1 (BRASIL, 2018a; BRASIL, 2018b; BRITO; BRITO, 1998).

Quadro 1. Fatores e influências sobre a acidez do leite

Fatores	Influência sobre a acidez
Raças	Algumas raças, como a Jersey, produzem leite com acidez natural mais elevada, em decorrência da composição do leite.
Período de lactação	O colostro possui acidez elevada, podendo chegar a 31°D e até a 44 °D. Após quatro a seis dias, a acidez é normalizada e no decorrer da lactação permanece constante, embora possa haver variações individuais.
Alimentação	Não há comprovação de que a alimentação influa na acidez do leite
Mastite	A composição do leite do úbere mastítico é alterado, com tendência ao aumento dos componentes provenientes do sangue. O conteúdo de sódio no sangue é maior que o de potássio. O pH do sangue é de 7,3 a 7,5 e o teor de cálcio é menor que o do leite. O leite de vacas com mastite possui maior teor de sódio e menores teores de cálcio, fósforo e potássio; o p11 tende a ficar alcalino e, portanto, com menor acidez titulável.
Desnate	O desnate ou a adição de leite desnatado não alteram a acidez

Fonte: BRITO; BRITO, 1998

A acidez que preocupa a indústria de processamento do leite é a acidez desenvolvida (também conhecida como acidez adquirida), que é causada pela ação de bactérias que se multiplicam no leite e desdobram a lactose (o açúcar do leite) em ácido láctico. Durante a fermentação da lactose pelas bactérias ocorrem também outras fermentações que dão origem ao sabor e aroma característicos do leite azedo. Para o desenvolvimento dessa acidez influem os cuidados higiênicos adotados durante e após a ordenha, especialmente as condições de conservação e temperatura. Quando o leite é mantido sob temperatura baixa (de 2 a 4°C), é reduzida a possibilidade de multiplicação das bactérias capazes de transformar a lactose em ácido láctico (BRITO; BRITO, 1998).

Para o teste da acidez titulável, é utilizada uma substância básica (alcalina), conhecida como hidróxido de sódio (NaOH), que serve para neutralizar o ácido do leite. A substância indicadora, fenolftaleína, é usada para mostrar a quantidade do álcali que foi necessária para neutralizar o ácido do leite. O indicador permanece incolor quando misturado com uma substância ácida, mas adquire coloração rosa em meio alcalino. Portanto, o álcali (NaOH N/9) é adicionado ao leite até que o leite adquirira a coloração rósea. O preparo da solução Dornic (NaOH 0,1N) consiste na diluição de 4,44g de hidróxido de sódio em 1 litro de

água. Cada 0,1 mL da solução de NaOH N/9 gasto no teste corresponde a 1°D ou 0,1g de ácido láctico/L. (BRITO *et al.*, [20--b]; SESSA, 2018).

O ato de medir é, em essência, um ato de comparar, e essa comparação envolve erros de diversas origens (dos instrumentos, do operador, do processo de medida etc.). Quando se pretende medir o valor de uma grandeza, pode-se realizar apenas uma ou várias medidas repetidas, dependendo das condições experimentais particulares ou ainda da postura adotada frente ao experimento. Em cada caso, deve-se extrair do processo de medida um valor adotado como melhor na representação da grandeza e ainda um limite de erro dentro do qual deve estar compreendido o valor real. Os tipos de erros que podem ser identificados na análise de acidez são quebra do equipamento, contaminação de reagentes, erros na adição de alíquotas, vidrarias e balança mal calibrada, deficiência de funcionamento, erros analíticos (GARSKE, 2018; SCIO SCORE DOMINIUM, 2010).

O cálculo da acidez é obtido através da fórmula (MET, 2013):

$$\% \text{ de ácido láctico} = \frac{V \times f \times 0,09 \times N \times 100}{v}$$

Onde:

V = volume de solução de hidróxido de sódio 0,1 N gasto na titulação, em mL;

v = volume da amostra, em mL;

f = fator de correção da solução de hidróxido de sódio 0,1 N;

0,09 = fator de conversão do ácido láctico

N = normalidade de solução de hidróxido de sódio 0,1N

m = massa da amostra, em gramas.

Para expressar o resultado em graus Dornic, multiplicar a % de ácido láctico por 100.

No Quadro 2 são apresentados alguns exemplos de resultados em graus Dornic, correspondente ao pH e a interpretação com respeito à acidez e à resistência térmica do leite (BRITO *et al.*, [20--b]; SESSA, 2018).

Quadro 2. Interpretação de resultados de valores de pH e da acidez do leite

pH	Acidez Dornic (°D)	Interpretação dos resultados
6,6 – 6,8	15 – 18	Leite normal (fresco)
6,9	< 15	Leite típico alcalino: leite de vaca com mastite, leite do final da lactação, leite de retenção, leite fraudado com água
6,5 – 6,6	19 – 20	Leite ligeiramente ácido: leite do princípio da lactação, leite com colostro, leite em início de processo de fermentação
6,4	± 20	Leite que não resiste ao aquecimento à 110°C
6,3	22	Leite que não resiste ao aquecimento à 100°C
6,1	24	Leite que não resiste a pasteurização à 72°C
5,2	55 – 60	Leite que começa a flocular à temperatura ambiente
6,5	9 – 13	Soro de queijo

Fonte: RODRIGUES; FONSECA; SOUZA, 1995 *apud* BRITO *et al.*, [20--b]

O valor do pH é um parâmetro inversamente proporcional ao valor da acidez titulável, isto é, quanto menor o pH, maior a acidez titulável e vice-versa. A acidez aumenta no caso de contaminação por microrganismos e diminui no caso de leite fraudado com água (diluição). A acidez do leite pode ser influenciada por vários fatores como, por exemplo, alimentação do animal, fator racial, estágio da lactação, temperatura ambiental, condições de estresse do animal, estação do ano, mastite e a saúde geral da vaca, frequência e técnica de ordenha, entre outras (LANAGRO, 2013).

A Síndrome do Leite Anormal (SILA) causadas por transtornos fisiológicos, metabólicos e/ou nutricionais, caracteriza-se por diminuição nos sólidos do leite, diminuição na sua estabilidade térmica e na sua capacidade tamponante (manter pH do leite) e alterações na aptidão para o processamento industrial. A síndrome é considerada um fenômeno de causa multifatorial e ainda não muito bem identificado em todos os casos (POLYCARPO, 2007).

2.3.3 CRIOSCOPIA

O índice crioscópico ou ponto de congelamento é definido como a temperatura de congelamento do leite, foi criada por Julius Hortvet em 1920. A determinação de fraude no leite por adição de água é a aplicação mais usual da crioscopia em laticínios. O teste é realizado em

um aparelho denominado crioscópio, que consiste no super congelamento de uma amostra de leite a uma temperatura apropriada e aplicação de uma agitação mecânica que ocasiona um rápido aumento da temperatura até um patamar o qual corresponde ao ponto de congelamento da amostra. Como essa é uma das características físicas mais constantes do leite, quando se adiciona água ao leite, o ponto de congelamento do leite aumenta em direção ao ponto de congelamento da água (0°C) (ARCARI; SANTOS, 2012; BRITO *et al.*, [20--a]; BRASIL, 2017).

Os crioscópios eletrônicos, como mostrado na Figura 2, são amplamente utilizados na determinação de resultados de crioscopia do leite (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008; PZL, 2021)

Figura 2. Crioscópio PZL



Fonte: PZL, 2021

No equipamento a vibração resultante na amostra ocasiona um desequilíbrio térmico no interior da amostra, fazendo com que a solução libere calor de fusão. A temperatura sobe até atingir o ponto de congelamento, permanecendo constante por algum tempo. Este tempo é denominado *plateau*, durante o qual se faz a leitura do ponto de congelamento (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008).

As soluções para calibração do equipamento geralmente utilizadas são as de cloreto de sódio e de sacarose, podendo ser utilizada também a água. A calibração do equipamento fornece uma referencia confiável ao circuito eletrônico do crioscópio para que os resultados

dentro da faixa de calibração sejam válidos. Recomenda-se que sejam realizadas três medições para cada amostra. Os resultados dos testes devem ser próximos, com uma tolerância de mais ou menos $0,002^{\circ}\text{C}$ ou $0,002^{\circ}\text{H}$ (Hortvet), conforme a especificação do aparelho (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008).

Atualmente, no Brasil, os valores estabelecidos para o índice crioscópico do leite cru são $-0,530^{\circ}\text{H}$ (quinhentos e trinta milésimos de grau Hortvet negativos) a $-0,555^{\circ}\text{H}$ (quinhentos e cinquenta e cinco milésimos de grau Hortvet negativos), que são equivalentes a $-0,512^{\circ}\text{C}$ (quinhentos e doze milésimos de graus Celsius negativos) a $-0,536^{\circ}\text{C}$ (quinhentos e trinta e seis milésimos de graus Celsius negativos) (BRASIL, 2018a).

Apesar da ocorrência de tentativas de fraude por alguns produtores, o índice crioscópico pode apresentar variações em faixas fora dos padrões aceitáveis pela legislação sem que tenha ocorrido fraude por adição de água. O ponto de congelamento do leite dos animais da mesma espécie pode apresentar ligeira variação, mas o de um conjunto de animais tenderá sempre a se aproximar do valor médio. Estas variações também podem ser causadas por fatores tais como raça, qualidade da dieta, manejo de bebedouro, estágio de lactação, composição do leite, hora da ordenha, estação do ano e região geográfica (ARCARI; SANTOS, 2012; BRITO *et al.*, [20--])

Raças com menores produções de sólidos totais no leite proporcionaram menores valores para ponto de congelamento, ou seja, menos negativos. Isto indica que em rebanhos formados por raças que produzam menores teores de sólidos no leite tem mais elevadas as chances de que os valores do índice crioscópico aumentam, o que pode ser interpretado equivocadamente como fraude por adição de água em algumas situações. A idade e o estágio de lactação dos animais é outro fator que exerce influência sobre a composição do leite produzido (ARCARI; SANTOS, 2012; BRITO *et al.*, [20--]).

A composição da ração e a acesso a água também são fatores que podem influenciar o ponto de congelamento do leite. O leite de animais alimentados com dietas de baixa qualidade podem apresentar valores de ponto de congelamento de até $-0,480^{\circ}\text{C}$, o que para a indústria provavelmente seria interpretado como um quadro de fraude no leite (ARCARI; SANTOS, 2012; ALGER, [20--]).

Quando os animais têm acesso restrito à água o ponto de congelamento diminui, reestabelecendo os valores da normalidade após 3 a 4 dias quando os animais voltaram a ter

acesso irrestrito a água. Outro fator relacionado ao manejo do fornecimento de água aos animais está relacionado a animais que tem acesso limitado à água, e tem a possibilidade de matar a sede no momento imediatamente anterior a ordenha, como é o caso de animais que ficam presos a noite ou para a alimentação antes da ordenha. Este manejo pode provocar elevadas ingestões de água, o que pode resultar em marcada diminuição da pressão osmótica do sangue e consequentemente aumento na pressão osmótica do leite, resultando em elevação do volume de água que passa do sangue para o leite, o que consequentemente provoca elevação do índice crioscópico de forma semelhante a quando água é adicionada no leite (ARCARI; SANTOS, 2012; ALGER, [20--]).

Para Nascimento *et al.* (2019) apesar da metodologia oficial para detecção de fraude por aguagem ser a crioscopia, este método apresenta falhas, não sendo a prova de fraudes e limitando-se apenas a detecção confiável de adições simples de água.

O índice de crioscopia é realizado em laboratório de controle de qualidade, devido crioscópio não ser de fácil acesso no campo, o aparelho Milktech mostrado na Figura 3, é um produto inovador, desenvolvido por pesquisadores da Universidade Federal de Juiz de Fora (UFJF), utilizado para identificar adulteração no leite e similares, foi desenvolvido a partir do estudo “Técnicas para verificação da porcentagem de água no leite”. O Milktech possibilita que o comprador verifique se houve adulteração no leite por adição de água ou de outros reconstituintes. O aparelho de tecnologia simples, de fácil domínio e rapidez nos resultados tem um preço bem mais acessível e é portátil e conta com bateria recarregável, podendo ser levado ao tanque onde, comumente, são feitas as adulterações. (UFJF NOTÍCIAS, 2018; NASCIMENTO *et al.*, 2019).

Figura3. Milktech



Fonte: DUMONT, 2015

2.3.4 ANTIBIÓTICO

Os resíduos de antibióticos no leite, teste realizado em laboratório, têm sido nos últimos anos, um dos maiores desafios impostos à indústria de alimentos lácteos. Eles possuem a capacidade de interferir no rendimento de alguns produtos, podem causar hipersensibilidade em humanos e resistência à antibioticoterapia, além de serem considerados indesejáveis pelos consumidores. Para ser considerado seguro e de alta qualidade, o leite deve estar isento de resíduos de drogas veterinárias, como os antibióticos. Sendo assim, a presença de resíduos de antibióticos no leite é um fator que afeta negativamente a segurança e a qualidade dos derivados lácteos (HORTA, 2017; CONTROLE..., 2017).

Os antimicrobianos são substâncias produzidas por microrganismos ou por síntese laboratorial que possuem capacidade de eliminar (antibiótico) ou inibir (quimioterápico) microrganismos. A utilização de antibióticos na produção animal é uma ferramenta fundamental para o tratamento de doenças, sendo que os primeiros usos dessas substâncias em gado leiteiro foram direcionados para o tratamento de mastite. Atualmente, nos sistemas intensivos de produção de leite, o uso de antibióticos é essencial para a manutenção da sanidade, da produtividade, do conforto e do bem-estar dos animais (CONTROLE..., 2017).

O aparecimento de resíduos de antibióticos no leite geralmente se dá após o tratamento de vacas em lactação por problemas de mastite, metrite ou outra doença infecciosa, ou como resultado do tratamento no início do período seco para controlar mastite. O tratamento para mastite tem sido o principal responsável pelos resíduos no leite. Mesmo após a aplicação do antibiótico em somente um quarto mamário, ocorre o aparecimento de resíduos no leite dos que não foram tratados. Isto se deve à absorção do antibiótico, que passa para a corrente sanguínea e daí chega aos outros quartos mamários, contaminando todo o leite da vaca (RESIDUOS..., 2006).

É necessário esperar o período de carência, prazo de eliminação do antibiótico no leite, após a última aplicação. Este período varia de produto para produto, e de acordo com a via de aplicação (intramamária, intramuscular ou intravenosa). Sempre que um antibiótico é recomendado para tratamento de vacas em lactação ou no início do período seco, deve-se estar atento para o período de carência. Isto significa que neste período todo o leite da vaca tratada deve ser retirado do consumo (RESIDUOS..., 2006).

As principais razões para o aparecimento de resíduos de antibiótico no leite são: a não observância do período de carência; erro na identificação dos animais tratados; uso de drogas em diferentes dosagens; descarte do leite apenas do quarto tratado; uso de produtos de vaca seca em vacas em lactação; ordenha de vacas que abortaram antes de completar o tempo de gestação; e erro durante a ordenha com mistura de leite com e sem resíduos (HORTA, 2017).

Os principais cuidados para se evitar resíduos de antibióticos no leite (RESIDUOS..., 2006):

- Identificar os animais tratados e ordenhá-los separadamente. Assim, não há risco de mistura acidental do leite contaminado com o restante do leite do rebanho;
- Respeitar rigorosamente o período de carência do antibiótico aplicado. Antibióticos que não trazem esta informação não devem ser usados para tratamento de vacas em lactação;
- Evitar tratamento da mastite subclínica durante a lactação, pois aumenta a possibilidade de aparecimento de resíduos no leite. Além disso, o tratamento feito no início do período seco da vaca apresenta maior taxa de cura;

- Evitar o uso de mais de um antibiótico diferente no mesmo tratamento. Isto pode aumentar o período de excreção de resíduos e alterar o prazo de retirada do leite para consumo;
- Não usar preparações de antibióticos recomendados para início do período seco em vacas em lactação, porque as primeiras persistem por mais tempo no úbere;
- Controlar a mastite com a adoção de medidas preventivas e de higiene: ambiente limpo para as vacas, manutenção e limpeza adequadas dos equipamentos de ordenha;
- Observar cuidados rigorosos de higiene na aplicação intramamária de antibióticos: as tetas devem estar limpas, secas e previamente desinfetadas. As cânulas de aplicação devem estar completamente limpas e não devem ser reutilizadas. Isto evita que o próprio tratamento seja uma fonte de infecção com microrganismos do ambiente.

A detecção de resíduos de antibióticos é feita por uma triagem inicial com base em amostra do volume total do caminhão-tanque, antes da descarga do leite na plataforma de recepção. Caso o resultado do teste de detecção de resíduos de antibióticos seja negativo, considera-se o volume total como adequado para ser recebido. Porém, quando é detectado resultado positivo na amostra do leite do caminhão, são testadas as amostras individuais (coletadas na fazenda) de todos os produtores pertencentes à rota de coleta do caminhão. Com base nos resultados das amostras individuais, pode-se identificar o produtor responsável pela presença de resíduos de antibióticos no caminhão (CONTROLE..., 2017; HORTA, 2017).

As principais classes de antimicrobianos utilizados em medicina veterinária são (CONTROLE..., 2017; RESIDUOS..., 2006):

- beta-lactâmicos;
- tetraciclina;
- aminoglicosídeos;
- macrolídeos;
- sulfonamidas ;
- quinolonas.

No mercado brasileiro estão disponíveis vários kits nos quais são classificados conforme seu modo de ação: “testes rápidos” e “testes lentos”. O princípio analítico deste último se baseia na inibição do crescimento bacteriano e o tempo necessário até a obtenção de seu resultado é caracterizado por demorar mais em relação àquele, cujo resultado é obtido em poucos minutos e pode se basear em reações enzimáticas ou imunológicas. Resultados falso-negativos podem ocorrer, pois a lactoferrina e a lisozima, substâncias antimicrobianas naturais do leite, que estão em maior quantidade no colostro e no leite com mastite, possuem efeito inibitório no crescimento dos bacilos (CASTANHEIRA, 2012; HORTA, 2017).

Nos testes *Charm* de inibição de crescimento usa-se um indicador ácido-base que indica se houve ou não crescimento bacteriano. Quando houver multiplicação bacteriana, o pH da amostra se torna ácido e conseqüentemente o indicador tem sua coloração alterada. O *Delvotest* é um teste de inibição do crescimento onde a amostra de leite é combinada com uma mistura de nutrientes e bacilos. Ela é aquecida por duas horas e meia à 64°C. A mudança de cor também ocorre pela alteração de pH no meio, sendo que a cor amarela indica reação negativa, e a cor púrpura indica reação positiva. No entanto, se a amostra tiver uma concentração de antibiótico superior ao limite de detecção do teste, o crescimento microbiano será inibido e conseqüentemente não haverá a produção de ácido e a coloração do indicador não será alterada (HORTA, 2017; FONSECA E SANTOS, 2000).

Nos testes rápidos, o antibiótico é capturado por uma proteína ligante em uma matriz com suporte sólido absorvente localizado em uma unidade plástica moldada. A presença de antibióticos na amostra resulta no desenvolvimento de um spot colorido, que é comparado a um spot controle, sendo este oriundo de uma concentração conhecida. A comparação entre as cores pode ser feita visualmente e, para a obtenção do resultado, gasta-se um tempo total de dois a dez minutos por amostra (HORTA, 2017).

No Quadro 3 estão identificadas as principais características dos testes para detecção de resíduos de antibióticos.

Quadro 3. Principais características dos testes de triagem para detecção de resíduos de antibióticos no leite.

Característica	Inibição de crescimento bacteriano	Imunoenzimáticos
Exemplos	Delvotest; Charm Cowside, Copan	Charm ROSA, SNAP, BetaStar
Tempo de análise	1 a 3,5 horas	2 a 10 min
Especificidade	Não específico; amplo espectro; vários antibióticos	Específico para um ou mais antibióticos de uma classe
Vantagens	Amplo espectro; boa detecção de betalactâmicos; baixo custo	Rapidez, específica para um tipo de antibiótico
Desvantagens	Indicado para triagem; demorado; não específico para um antibiótico; pode ter interferência de inibidores naturais do leite	Somente detecta antibiótico específico (ou grupo); risco de falso-negativos
Falso-positivos	Presença de outros inibidores no leite	Reação cruzada com outros antibióticos dentro de uma classe

Fonte: CONTROLE..., 2017.

O LMR é a concentração máxima de resíduos, resultante da utilização de um medicamento veterinário, aceitável em alimentos. Esse limite baseia-se no tipo e na quantidade de resíduos que não apresentam risco de toxicidade para a saúde humana, levando-se em consideração a Ingestão Diária Aceitável (IDA) e que, se ingerida durante toda a vida do indivíduo, não apresenta riscos a sua saúde (ANVISA, 2009).

Segundo Brasil (1999), é de competência do Ministério da Saúde estabelecer os limites máximos de resíduos (LMRs) e no caso de não estarem estabelecidos, serão utilizados os valores internalizados no MERCOSUL, os recomendados pelo *Codex Alimentarius*, os constantes nas Diretivas da União Européia e os utilizados pelo FDA/USA,

O Programa de Análise de Resíduos de Medicamentos Veterinários em Alimentos de Origem Animal- PAMVET da ANVISA e pelo Plano Nacional de Controle de Resíduos em

Produtos de Origem Animal – PNCRC do MAPA onde foram utilizados LMRs recomendados (ANVISA, 2009; MAPA, 2019)

No Quadro 4 elaborado e adaptado por Lobato; De Los Santos (2019) encontram-se os limites LMR - Limites Máximos de Resíduos de antimicrobianos em leite estabelecidos pela legislação brasileira de acordo com as referências

Quadro 4 Limites Máximos de Resíduos de antimicrobianos em leite estabelecidos pela ANVISA (PAMVET) e MAPA (PNCRC).

Grupo de antimicrobianos	Substância Farmacologicamente Ativa	LMR ^a (µg/L)	Referência
β-lactâmicos	Penicilinas:		
	Benzilpenicilina/benzilpenicilina procaine	4	Mercosul
	Ampicilina, Amoxiciclina	4	Mercosul
	Cloxacilina, Oxacilina, Dicloxacilina	30	União Européia
	Cefalosporinas		
	Ceftiofur	100	Mercosul
	Cefapirina	60	União Européia
	Cefazolin	50	União Européia
	Cefoperazone	50	União Européia
Aminoglicosídeos	Diidroestreptomicina/Estreptomicina	200	Mercosul
	Neomicina	500	Mercosul
Macrolídeo	Eritromicina	40	Mercosul
Tetraciclina	Oxitetraciclina, Tetraciclina, Clortetraciclina	100	Mercosul
Anfencóis	Cloranfenicol	0	Mercosul
	Florfenicol ^c	ND ^b / 10	-
	Tianfenicol ^d	50/10	União Européia
Sulfonamidas	Sulfametazina, Sulfametoxina, Sulfatiazol	100	Mercosul

LMR^a: Limite Máximo de Referência para ANVISA e MAPA. ND^b: Não definido. Florfenicol^c: Valor não definido no PAMVET e referenciado como 10 µg/L no PNCRC 2019. Tianfenicol^d: Valor de 50 µg/L definido no PAMVET e referenciado como 10 µg/L no PNCRC 2019.

Fonte: LOBATO; DE LOS SANTOS, 2019.

2.4 PLANO DE QUALIFICAÇÃO DOS FORNECEDORES

A IN 77- Instrução Normativa nº 77 estabelece o Plano de Qualificação de Fornecedores de Leite - PQFL, com objetivo de aproximar produtores e indústria, visando maior desenvolvimento para o setor produtivo e segurança para o consumidor (BRASIL, 2018b).

O PQFL é uma ferramenta de controle elaborada pela empresa ou cooperativa. Nele é definida a política do laticínio em relação aos seus fornecedores de leite, devendo-se contemplar a assistência técnica e gerencial, bem como a capacitação de todos os produtores, com foco em gestão da propriedade e implementação das boas práticas agropecuárias. É um processo contínuo e evolutivo onde os esforços dos executores visam qualificar ininterruptamente os fornecedores de leite, melhorando ou aprimorando as Boas Práticas Agropecuárias nos sistemas produtivos, tendo como referência dados estatísticos de controle da matéria-prima e relatórios de acompanhamento da propriedade (MAPA, 2020b).

Este plano faz parte da gestão de qualidade e está incluído no autocontrole realizado pelo laticínio, portanto, sua elaboração, implantação e execução são de total responsabilidade do laticínio. Dessa forma, cabe ao MAPA e aos seus técnicos apenas acompanhar e fiscalizar a execução do Plano (MAPA 2020c).

Segundo MAPA (2020c), Brasil (2018b) o PQFL, parte integrante do autocontrole do estabelecimento, nos termos do art. 6º da IN77/18, somente produtores qualificados podem fornecer leite para o laticínio, sendo que o atendimento aos requisitos de qualidade e segurança do leite é uma condição fundamental para a qualificação de um fornecedor.

Além dos requisitos legais, estabelecidos pelas INs 76/18 e 77/18, o laticínio pode estabelecer requisitos adicionais de Boas Práticas Agropecuárias para qualificar um produtor como seu fornecedor de leite. O não atendimento aos requisitos de BPAs estabelecidos pelo laticínio enquadrará o fornecedor nos diferentes planos de ação de desenvolvimento de seus fornecedores. Os fornecedores que não atingirem a qualificação nos requisitos relativos à qualidade e segurança do leite, poderão ser inseridos no plano de ações emergenciais, no entanto, estarão sujeitos à interrupção do fornecimento do leite nos termos do art. 45 da IN77/18, e da IN 59, de 06/11/2019 (BRASIL, 2018a; BRASIL, 2018b; MAPA 2020c).

Segundo MAPA (2020b), o serviço de inspeção, quando da verificação oficial

documental, irá verificar se o Plano contempla todos os itens dispostos no artigo 8º. Além disso, a Divisão de Produção e Desenvolvimento Agropecuário da Superintendência Federal de Agricultura – SFA (DPDAG-SFA) onde o estabelecimento estiver localizado fará a análise e o acompanhamento da execução dos planos de qualificação de fornecedores de leite por meio de auditorias *in loco*.

A etapa de monitoramento do PQFL, que tem como finalidade confirmar que, ao longo do tempo, os fornecedores continuam atendendo aos requisitos legais e específicos estabelecidos, pode ocorrer por meio de avaliações periódicas de relatórios ou laudos de análises laboratoriais, de informações relativas à captação do leite, dentre outros mecanismos comprobatórios de natureza remota, bem como por meio de relatórios de visitas a campo ou pelo produtor em *softwares* gerenciais (MAPA, 2020c).

3 UNIDADE EXPERIMENTAL

O estudo foi realizado em uma empresa de laticínios que atua no mercado há anos, o seu principal compromisso é produzir e comercializar produtos lácteos e garantir, para seus milhões de consumidores, a máxima qualidade e o melhor sabor.

Os dados em estudo foram obtidos através de análises realizadas em cerca de 200 fornecedores e por compartimento dos caminhões, conforme as normas e legislações, com intuito de garantir a qualidade da matéria prima recebida.

3.1 COLETAS DE DADOS

A empresa em estudo possui um sistema de registros das análises, organizado em pastas em rede de acesso privado. Os dados de análises mensais foram obtidos através de um *software* de gestão da empresa, juntamente com os dados semestrais, ambos obtidos através de análises realizadas pela própria empresa.

A empresa possui em média 200 fornecedores, sendo que o leite chega à plataforma oriunda de tanques de resfriamento compartilhados ou individuais. O condutor do caminhão de coleta de matéria-prima, antes de coletar o leite, coleta uma amostra do tanque de resfriamento do produtor que é armazenada e identificada no refrigerador dos caminhões, porém existe possibilidade de uma amostra conter leite de vários produtores no caso de tanques comunitários.

Ao chegar à plataforma estas amostras identificadas e refrigeradas são entregues no laboratório e são armazenadas em geladeiras $<7^{\circ}\text{C}$, e utilizadas para situações em que se faz necessário o rastreamento durante as análises de rotina diárias, caso não ocorra esta necessidade as amostras são descartadas. Também estas amostras são utilizadas para análises de rastreamento semestral. A identificação das amostras é realizada por uma etiqueta com código de barra, em um documento impresso e também em acesso via aplicativo. É possível identificar qual amostra corresponde a cada produtor e nestes documentos são obtidas as seguintes informações: matrícula e nome do produtor, volume de leite coletado, temperatura do leite no momento da coleta e em qual compartimento do caminhão de coleta foi armazenado o leite do produtor.

Na plataforma de recepção, o leite é amostrado por compartimento do caminhão de coleta, onde em cada compartimento estão identificados de quais produtores foi realizada a

coleta no campo. Essas amostras são entregues ao laboratório para que sejam realizadas análises físico-químicas do leite, e apresentando resultados dentro dos parâmetros ocorre a liberação para descarga da matéria prima.

Diariamente são realizadas as análises de gordura, densidade, proteína, lactose, sólidos totais, sólidos não gordurosos, antibiótico, crioscopia, acidez, pH, alizarol, ureia, cloreto, formol, álcool, cloro, sacarose, amido, alcalinos e reconstituintes de cada compartimento dos caminhões de coleta.

Semestralmente são realizadas na empresa as análises de gordura, densidade, proteína, lactose, sólidos totais, sólidos não gordurosos, antibiótico, crioscopia, acidez, pH, alizarol, ureia, cloreto, formol, álcool, cloro, sacarose, amido, alcalinos e reconstituintes da amostragem coletada no tanque de resfriamento de cada fornecedor de leite, identificada e refrigerada em geladeiras <7°C.

Além das análises diárias, mensalmente são realizadas avaliações de amostras segundo a IN 76 que define quais análises devem ser feitas pela Rede Brasileira de Laboratórios de Qualidade do Leite (RBQL), que são: teor de gordura; teor de proteína total; teor de lactose anidra; teor de sólidos não gordurosos; teor de sólidos totais; contagem de células somáticas; contagem padrão em placas e resíduos de produtos de uso veterinário.

Foram coletados dados de análise de alizarol, acidez, crioscopia e antibiótico dos fornecedores das análises individuais semestrais e análises mensais dos compartimentos no período de outubro de 2020 a outubro de 2021, com intuito de avaliação da frequência de não conformidades nos produtores individualmente.

3.2 AVALIAÇÕES DOS PARÂMETROS COM MAIOR NÚMERO DE NÃO CONFORMIDADES

Após a obtenção dos dados, os mesmos foram organizados em planilha utilizando o *software* Excel e posteriormente, foram analisados quanto ao cumprimento dos limites estabelecidos pelas Normas do MAPA e padrões da empresa.

3.3 ELABORAÇÃO DE GRÁFICOS

Utilizando o *software* Excel foram elaborados gráficos para expressar os resultados das análises quantitativa das não conformidades. Foram utilizados gráficos no formato circular

(pizza), com intuito de exibir valores em relação ao total; e gráficos de barras, para serem comparados múltiplos valores.

3.4 ANÁLISE DOS RESULTADOS E PROPOSTAS DE MELHORIAS PARA REDUÇÃO DAS NÃO CONFORMIDADES

Através dos resultados dos gráficos foram analisadas as prováveis causas das não conformidades e com base na revisão de literatura técnica e entrevistas com os responsáveis pela assistência técnica e laboratoristas, foram sugeridas propostas para minimizar essas ocorrências, com intuito de evitar perdas e prejuízos econômicos.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste tópico serão abordados os dados obtidos durante o período de outubro de 2020 a Outubro de 2021, para os parâmetros analisados de Alizarol, Acidez, Crioscopia, e Antibiótico. Para isso, todo o período foi dividido em duas etapas, da seguinte forma:

- Etapa I: Análises Mensais;
- Etapa II: Análises Semestrais.

Com isso, foram feitas avaliações dos valores desses parâmetros para cada compartimento de veículo (mensalmente) e cada fornecedor de leite (semestralmente).

4.1. Alizarol

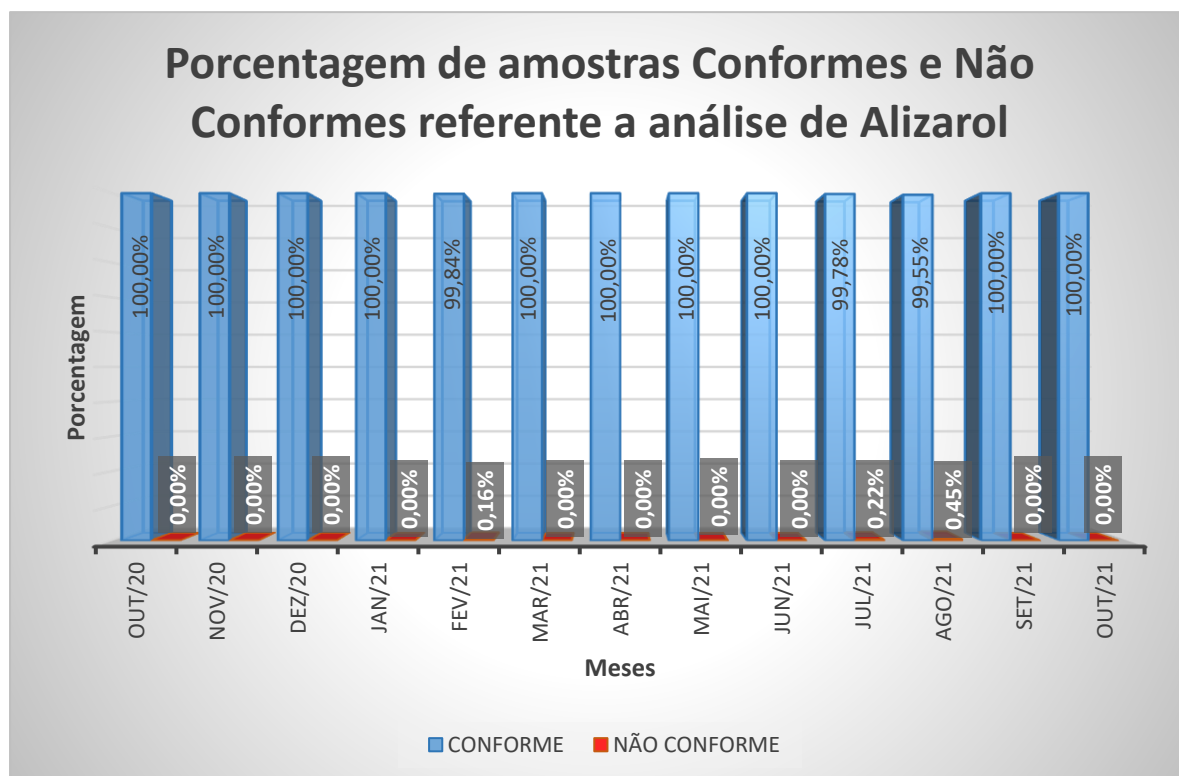
O resultado desse teste indica a instabilidade das proteínas, o que compromete o processamento térmico do leite, pois a estabilidade térmica reduzida gera transtornos durante o processamento do leite, principalmente para os produtos tratados em altas temperaturas, podendo resultar na floculação.

A empresa em estudo utiliza como garantia de qualidade do leite para o parâmetro de alizarol resultados de limite sendo a estabilidade ao alizarol à 74°GI, sendo, portanto, mais rigorosa uma vez que a legislação estabelece concentração mínima de 72°GI (BRASIL, 2018a)

Os resultados de alizarol no período de obtenção dos dados encontraram-se 0,16% fora dos padrões para alizarol, no mês de Fevereiro de 2021, refere-se a dois compartimentos, totalizando a 7.294 litros de leite, 0,22% fora dos padrões no mês de Julho de 2021, referente a três compartimentos, totalizando a 35.829 litros de leite, e 0,45% fora dos padrões para alizarol no mês de Agosto de 2021, referente a dois compartimentos, totalizando a 12.000 litros de leite.

No Gráfico 1 são fornecidas as análises para os resultados obtidos de alizarol por compartimento dos veículos, mensalmente.

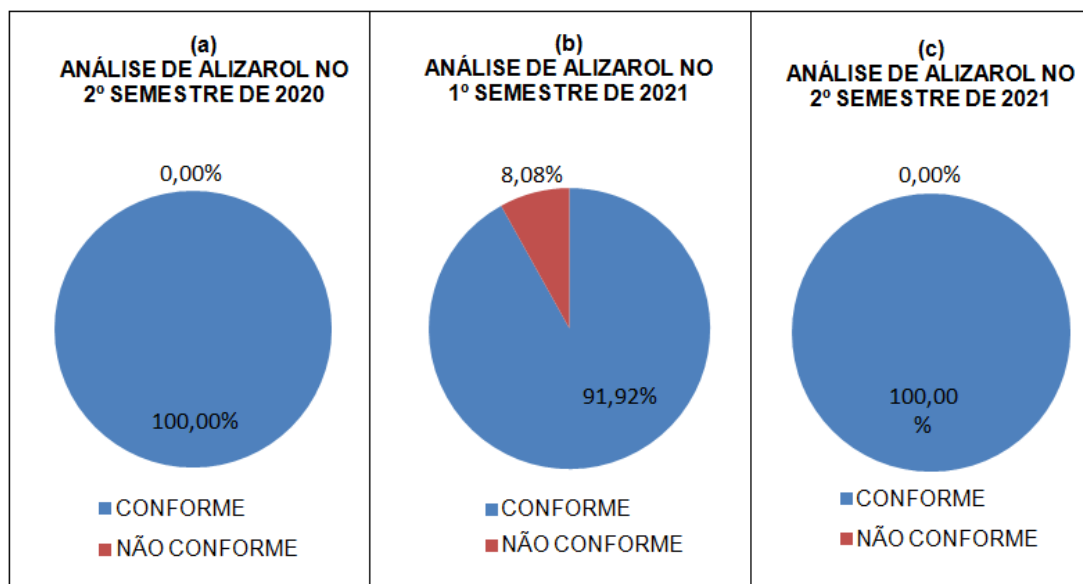
Gráfico 1 Porcentagem de resultados de alizarol Conformes e Não Conformes no período de Outubro de 2020 à Outubro de 2021.



No gráfico 1, é possível observar que há predominância de resultado de alizarol dentro dos padrões estabelecidos pela empresa que é a estabilidade à solução de alizarol 74°Gl. Nos meses de Fevereiro, Julho e Agosto de 2021, ocorreram ao todo onze compartimentos com resultados não conformes, não cumprindo com a faixa padrão utilizada pela empresa como forma de garantia de qualidade da matéria prima adquirida.

Os Gráficos 2(a), 2(b) e 2(c) encontram-se as porcentagens de conformidade dos resultados das análises de estabilidade à solução de alizarol a 74°Gl por fornecedor referente ao período do 2º Semestre de 2020, 1º Semestre de 2021 e 2º Semestre de 2021, respectivamente.

Gráfico 2 Porcentagem de resultados de alizarol Conformes e Não Conformes do 2º Semestre de 2020 ao 2º Semestre de 2021.



Com base nas análises realizadas os resultados de alizarol no período de Outubro e Novembro de 2020 (Gráfico 2a) e no período de Agosto e Setembro de 2021 (Gráfico 2c), não foram encontrados fornecedores que apresentassem não conformidades.

Nas análises referentes ao 1º semestre de 2021, realizadas no mês de Fevereiro (Gráfico 2b), encontraram-se 8,08% fora do padrão, referente a dezesseis fornecedores, que apresentaram instabilidade ao alizarol 74°Gl.

Segundo Martins (2017), Silva *et al.* (2006) e Silvah *et al.* (2016), a baixa qualidade higiênica do leite reduz seu pH por conta da fermentação da lactose em ácido lático, resultando em uma maior instabilidade das proteínas, porém outros fatores como temperatura da amostra, qualidade do álcool e tempo de realização da análise após coleta podem alterar o resultado do teste do alizarol.

4.2. Acidez

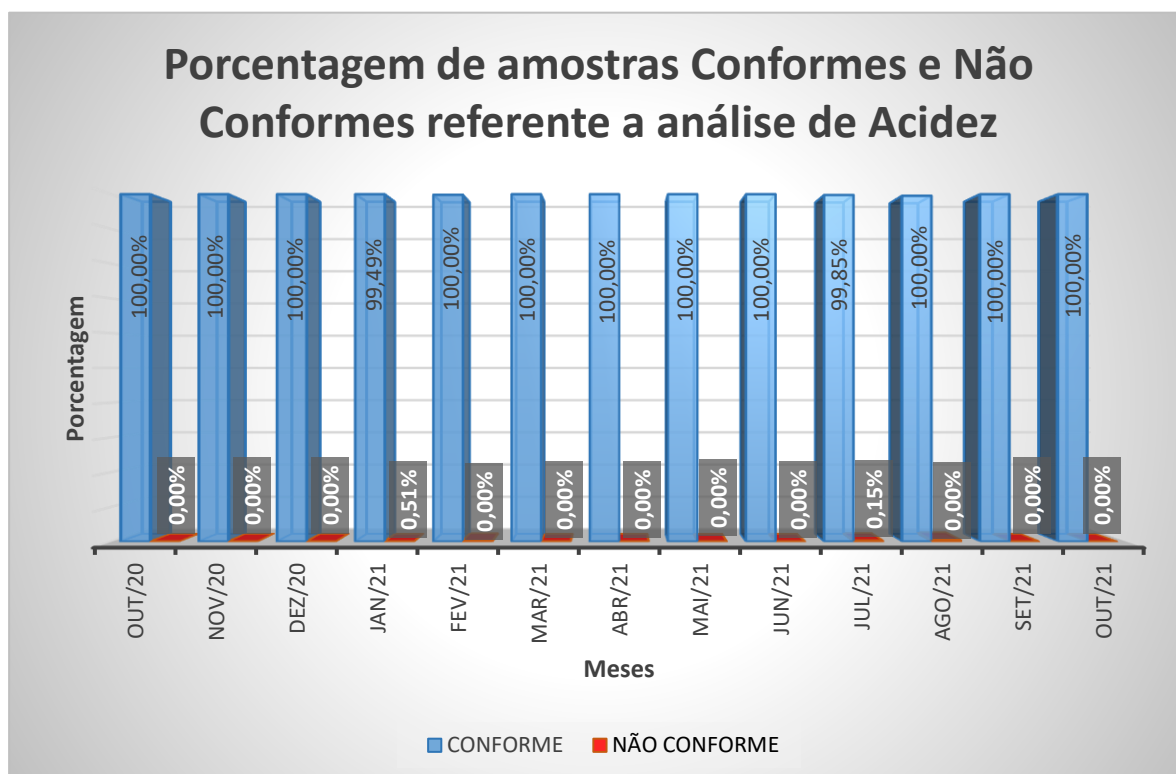
A elevação da acidez é determinada pela transformação da lactose por enzimas microbianas com formação de ácido lático, caracterizando a acidez desenvolvida no leite (GURGEL, 2017).

A empresa em estudo utiliza como garantia de qualidade do leite para o parâmetro de acidez valores entre 14°D e 17°D, enquanto a legislação estabelece 14° a 18°D (BRASIL, 2018 a).

Dentre as análises realizadas no período de obtenção dos dados, para este parâmetro encontraram-se 0,52% das amostras fora dos padrões para acidez em graus Dornic no mês de Janeiro de 2021, referente a sete compartimentos, totalizando a 22.582 litros de leite, e 0,15% no mês de Julho de 2021, referente a dois compartimentos, totalizando a 37.740 litros de leite, ambos com resultados acima de 17°D.

Os resultados das análises de acidez por compartimento dos veículos, mensalmente, são demonstrados no Gráfico 3.

Gráfico 3 Porcentagem de valores de acidez Conformes e Não Conformes no período de Outubro de 2020 à Outubro de 2021.

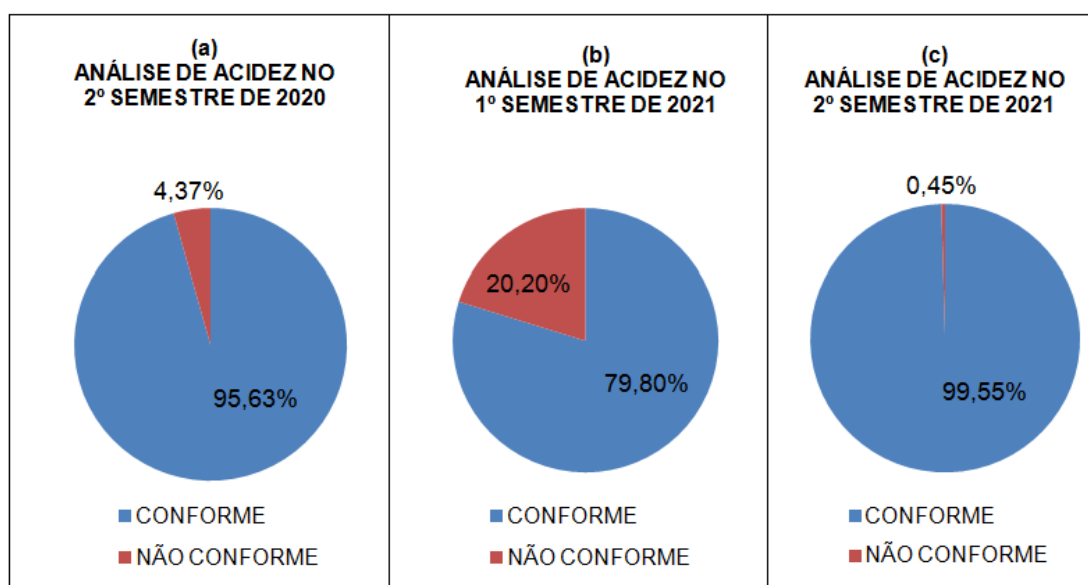


A partir do Gráfico 3, é possível observar que há predominância de amostras no valor de acidez dentro dos padrões estabelecidos pela empresa e consequentemente pela legislação vigente, uma vez que o padrão máximo da empresa é inferior ao da legislação.

Nos meses de Janeiro e Julho de 2021, totalizaram nove compartimentos com valores acima de 17°D, que é a faixa de limite utilizada pela empresa como forma de garantia de qualidade da matéria prima adquirida.

Os Gráficos 4(a), 4(b) e 4(c) mostram as porcentagens de conformidade dos resultados das análises de acidez por fornecedor referente aos períodos 2° Semestre de 2020, 1° Semestre de 2021 e 2° Semestre de 2021, respectivamente.

Gráfico 4 Porcentagem de valores de acidez Conformes e Não Conformes do 2° Semestre de 2020 ao 2° Semestre de 2021.



Dentre as análises individuais realizadas para os valores de acidez nos meses de Outubro e Novembro de 2020 (Gráfico 4a), encontraram-se 4,37% fora dos padrões, referente a nove fornecedores, que apresentaram valores acima de 17°D, sendo quatro com valores acima de 18°D. No mês de Fevereiro de 2021, mês em que foram realizadas as análises referentes ao primeiro semestre deste ano (Gráfico 4b), foram encontradas 20,20% de fornecedores fora dos padrões equivalente a quarenta fornecedores, que apresentaram valores de acidez abaixo de 14°D ou acima de 17°D, sendo doze com valores acima de 18°D e nos meses de Agosto e

Setembro de 2021 (Gráfico 4c), apenas 0,45% dos fornecedores, ou seja, um fornecedor, apresentou acidez abaixo de 14^oD nas análises referentes a este semestre.

Segundo Gurgel (2017), os principais fatores que elevam os valores de acidez do leite, ou seja, aumento da produção de ácido láctico é a falta de higiene e falhas na conservação do leite principalmente na refrigeração, já valores abaixo de 14 °D indicam adição de adulterantes ou problemas de mastite no animal.

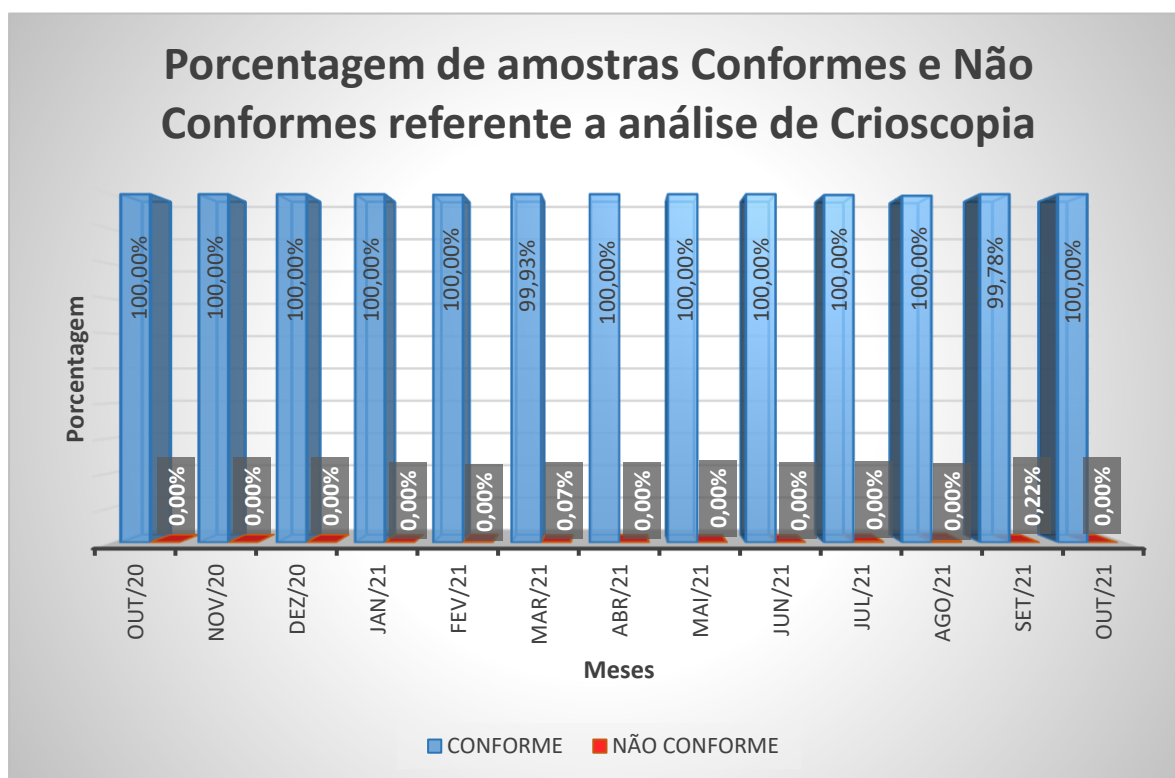
Os dados mostram que na maioria dos fornecedores da empresa as Boas Práticas de Ordenha estão sendo seguidas, mas existe ainda a necessidade de reforço dos procedimentos para que se conseguir atingir a meta de zero desperdício de matéria.

4.3. Crioscopia

Dentre as análises realizadas para os valores de crioscopia no período de obtenção dos dados, encontraram-se 0,07% fora dos padrões para crioscopia no mês de março de 2021, refere-se a um compartimento, totalizando a 5.804 litros de leite, e 0,22% fora dos padrões para crioscopia no mês de setembro de 2021, referente a três compartimentos, totalizando a 17.859 litros de leite, ambos com resultados acima de -0,530^oH.

No Gráfico 5 são fornecidas as análises para os valores obtidos de crioscopia por compartimento dos veículos, mensalmente.

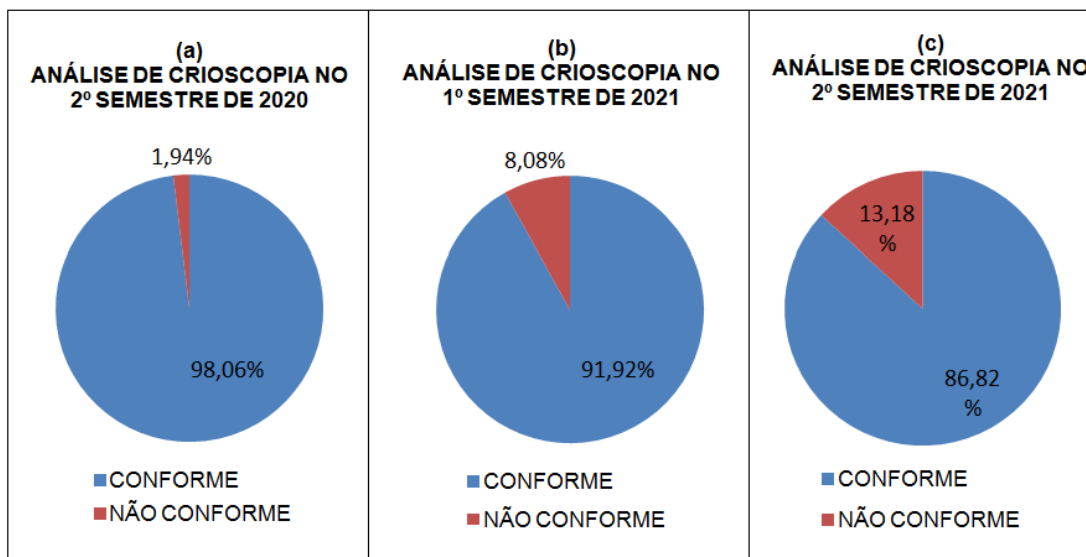
Gráfico 5 Percentagem de valores de crioscopia Conformes e Não Conformes no período de Outubro de 2020 à Outubro de 2021.



No gráfico 5, é possível observar que há predominância do valor de crioscopia entre os valores de $-0,530$ e $-0,555^{\circ}$ H, ou seja amostras conforme a legislação, com exceção dos meses de Março e Setembro de 2021, nos quais apresentaram ao todo quatro compartimentos com valores acima de $-0,530^{\circ}$ H, que é o valor padrão utilizada pela empresa como forma de garantia de qualidade da matéria prima adquirida.

Nos Gráficos 6(a), 6(b) e 6(c) são representadas as percentagens de conformidade dos resultados das análises de crioscopia por fornecedor referente ao período do 2º Semestre de 2020, 1º Semestre de 2021 e 2º Semestre de 2021, respectivamente.

Gráfico 6 Porcentagem de valores de crioscopia Conformes e Não Conformes do 2º Semestre de 2020 ao 2º Semestre de 2021.



Dentre as análises realizadas para os valores de crioscopia dos fornecedores individuais, no período de outubro e novembro de 2020 (Gráfico 6a), encontraram-se 1,94% fora dos padrões para crioscopia, referente a quatro fornecedores, por apresentarem valores de crioscopia acima de $-0,530^{\circ}\text{H}$. No mês de Fevereiro de 2021, mês em que foram realizadas as análises referentes ao primeiro semestre deste ano (Gráfico 6b) encontraram-se 8,08% fora dos padrões para crioscopia, referente a dezesseis fornecedores, por apresentarem valores de crioscopia acima de $-0,530^{\circ}\text{H}$ e abaixo de $-0,555^{\circ}\text{H}$. E no período de Agosto e Setembro de 2021 (Gráfico 6c), encontraram-se 13,18% fora dos padrões, referente a vinte e nove fornecedores, por apresentarem valores de crioscopia acima de $-0,530^{\circ}\text{H}$.

Segundo Gurgel (2017), estes desvios podem ser resultados de diversos fatores, pois o índice crioscópico do leite é uma propriedade física que apresenta variações com o período de lactação, estação do ano, clima, alimentação, raça animal, doenças dos animais, estado de conservação da matéria-prima, entre outros. Além da adição de água, também pode acontecer a adição de outras substâncias, como a urina, soro de queijo, formol, vindo a influência de forma imediata na composição do leite.

Os resultados mostram que são necessárias ações para melhor conscientização dos produtores quanto a adulteração e de se proceder a busca da causa dos desvios, uma vez que

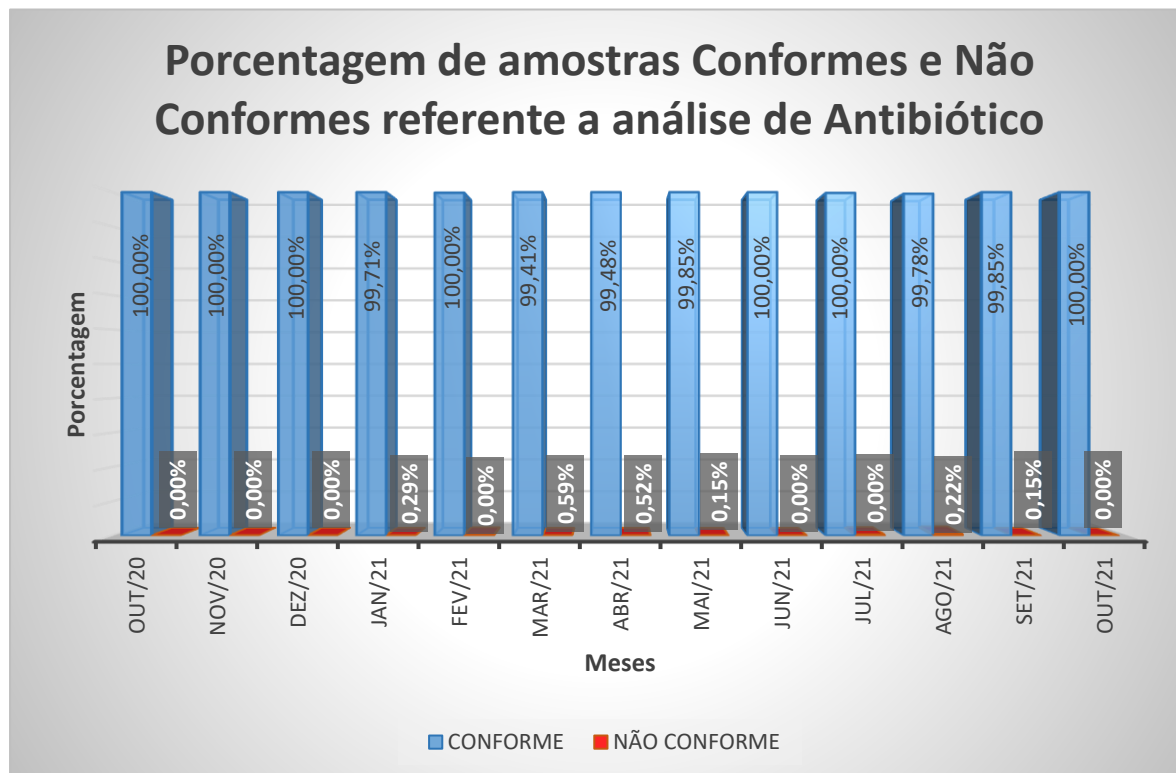
como citado por Gurgel (2017) podem ser outras causas, não sendo adulteração e assim realizar ações que eliminem as não conformidades.

4.4. Antibiótico

Dentre as análises realizadas de antibiótico no período estudado nenhuma amostra detectou a presença de tetraciclina, porém encontraram-se fora dos padrões (positivo para Betalactâmicos acima de 4 pbb): 0,30% no mês de Janeiro de 2021, o que refere-se a quatro compartimentos, totalizando a 24.762 litros de leite, 0,60% no mês de Março de 2021, referente a oito compartimentos, totalizando a 30.490 litros de leite, 0,58% no mês de Abril de 2021, referente a sete compartimentos, totalizando a 31.056 litros de leite, 0,15% no mês de Maio de 2021, referente a dois compartimentos, totalizando a 8.122 litros de leite, 0,22% no mês de Agosto de 2021, referente a três compartimentos, totalizando a 13.347 litros de leite e 0,15% no mês de Setembro de 2021, referente a dois compartimentos, totalizando a 18.697 litros de leite.

O Gráfico 7 mostra os resultados das análises de antibiótico por compartimento dos veículos, mensalmente.

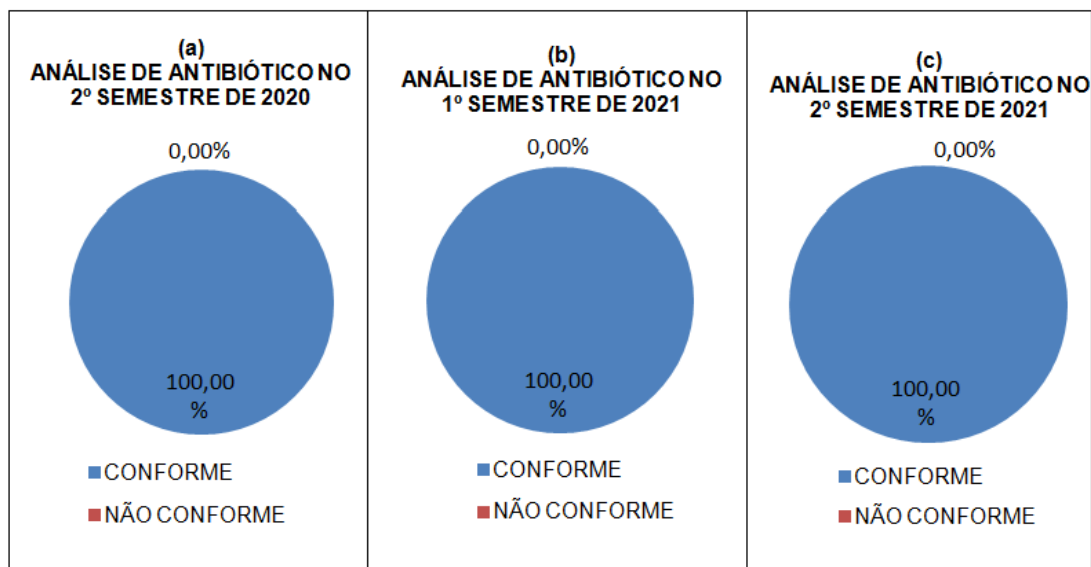
Gráfico 7 Porcentagem de resultados de antibiótico Conforme e Não Conformes no período de Outubro de 2020 à Outubro de 2021.



No Gráfico 7, é possível observar que há predominância do resultado de antibiótico dentro dos padrões estabelecidos na legislação vigente que é a ausência destas substâncias a níveis de 4 ppb Betalactâmicos, com exceção dos meses de Janeiro, Março, Abril, Maio, Agosto e Setembro de 2021, nos quais apresentaram ao todo vinte e cinco compartimentos com resultados positivos para antibiótico, não cumprindo com a faixa padrão utilizada pela empresa. As matérias primas que apresentaram resíduo de antibiótico foram descartadas e realizados rastreamentos dos produtores sendo aqueles que apresentaram não conformidade notificados e avaliados dentro de um período estipulado pela empresa, até que sua matéria prima apresentasse a qualidade para ser fornecida.

Nos Gráficos 8(a), 8(b) e 8(c) são representadas as porcentagens de conformidade dos resultados das análises de antibiótico por fornecedor referente ao período do 2º Semestre de 2020, 1º Semestre de 2021 e 2º Semestre de 2021, respectivamente.

Gráfico 8 Porcentagem de resultados de antibiótico Conformes e Não Conformes do 2º Semestre de 2020 ao 2º Semestre de 2021.



Os resultados de antibiótico no período de Outubro e Novembro de 2020 dos fornecedores de leite (Gráfico 8a), no rastreamento semestral ocorrido no mês de Fevereiro de 2021 (Gráfico 8b) e no período de Agosto e Setembro de 2021 (Gráfico 8c), não foram encontrados fornecedores que apresentassem não conformidades.

Para Lobato e De Los anjos (2019), os erros de dosagem e a utilização de antimicrobianos sem respeito ao período de carência, têm gerado resíduos no leite, o que acarreta matéria-prima imprópria para a indústria e alimento inadequado para o consumo humano, causando prejuízos sociais e econômicos. Resíduos... (2016) e Horta (2017) acrescentam como causas de presença dos antibióticos no leite erro na identificação dos animais tratados; uso de drogas em diferentes dosagens; descarte do leite apenas do quarto tratado; uso de produtos de vaca seca em vacas em lactação; ordenha de vacas que abortaram antes de completar o tempo de gestação; e erro durante a ordenha com mistura de leite com e sem resíduos.

Apesar da baixa porcentagem de não conformidade e das ações corretivas realizadas pela empresa ainda é preocupante que ocorram problemas com a matéria-prima, pois as consequências são prejudiciais para a empresa, assim para melhoria contínua da qualidade propõem-se que haja monitorização, verificação e validação na frequência das análises e os

testes de antibióticos sejam validados uma vez que amostras individuais por compartimento identificaram produtores não conformes porém as análises semestrais não identificaram.

Para todos os desvios ocorridos mensalmente, foram realizados rastreamentos dos produtores, e aqueles que apresentaram não conformidade foram notificados e avaliados dentro de um período estipulado pela empresa, até que sua matéria prima apresentasse a qualidade para ser fornecida. E para os desvios semestralmente, conforme procedimentos internos da empresa, os fornecedores que apresentaram não conformidades foram visitados e avaliados por três dias consecutivos e só foi liberada a coleta de sua matéria prima quando a mesma apresentasse valor padrão exigida pela empresa.

No período analisado foram descartados 205.260 litros de leite devido os problemas nos parâmetros de alizarol, crioscopia e antibiótico. Quanto ao parâmetro de acidez, não houve descarte de leite devido as ocorrências terem apresentado resultado abaixo de 18°D, que é o valor máximo permitido pela legislação para recebimento da matéria prima leite, portanto, a empresa recebe a matéria prima com restrição.

Como propostas de melhorias, para evitar que haja leite com instabilidade ao alizarol, é de suma importância que tenha uma monitorização e verificação da limpeza dos reservatórios onde é armazenado o leite na propriedade rural, não haja falha no manejo e o que tenha o controle da temperatura da amostra, frequentemente. A solução de alizarol utilizada pelo motorista do caminhão no momento da coleta deve estar conforme, mantendo o controle da qualidade do álcool, assim assegurando que não apresente um resultado falso-positivo.

Para evitar que haja leite ácido, é importante que o fornecedor tenha o controle da temperatura da amostra, frequentemente. Tendo cuidado higiênico antes e após o momento da ordenha, atendendo aos procedimentos de boas práticas, com monitoramento e verificação da limpeza dos reservatórios onde é armazenado o leite na propriedade rural, pois a acidez desenvolvida é causada pela ação de bactérias. A verificação e controle sobre a alimentação do animal, estágio da lactação, temperatura ambiental, condições de estresse, estação do ano, mastite, a saúde do animal deve ser constante assim evitando que o animal venha produzir um leite mais ácido.

Ao parâmetro de crioscopia, para evitar que haja leite com desvios é importante uma fiscalização nas áreas rurais, vindo a evitar possíveis fraudes para ganhos econômicos. Deve se estabelecer um controle e monitoramento da qualidade da dieta, manejo de bebedouro, estágio

de lactação, hora da ordenha, estação do ano, e principalmente dos animais das raças que produzem leite com menores teores de sólidos totais, pois tem mais elevadas as chances de que os valores do índice crioscópico aumentam, o que pode ser interpretado equivocadamente como fraude.

Como propostas de melhorias a monitorização, verificação e validação dos procedimentos de boas práticas com relação ao manejo da produção, em especial à higiene da ordenha e o respeito ao período de carência dos antimicrobianos utilizados na bovinocultura leiteira, asseguraram o cumprimento da legislação em vigor e garantirá um alimento seguro à população.

5 CONCLUSÃO

Conclui-se que a empresa em estudo possui o Plano de Qualificação de Fornecedores de Leite-PQFL e as ações preventivas e corretivas realizadas pelo laticínio reduzem as não conformidades na matéria-prima sendo que as análises por compartimento e o rastreamento semestral são necessárias uma vez que mostram cenários distintos.

As análises de alizarol, acidez e crioscopia realizadas semestralmente por fornecedor identificaram maior quantidade de não conformidades do que as por compartimento. Já para o parâmetro de antibiótico, as análises por compartimento apresentaram maior número de não conformidade do que as individuais.

Das análises realizadas a presença de antibióticos foi a que apresentou maior porcentagem de não conformidades nas amostras por compartimentos, mensalmente. E a análise de acidez foi a que apresentou maior porcentagem de não conformidade nas amostras semestrais, individuais dos fornecedores.

A presença de antibióticos ainda ocorre apesar das medidas preventivas, necessitando um reforço na orientação dos fornecedores em esperar o período de carência dos animais que foram aplicados antimicrobianos, que varia de 48 a 120 horas, prazo de eliminação do antibiótico no leite.

Mesmo com baixos índices de não conformidades, em função do grande volume de matéria-prima recebida, ocorreu no período descarte de 205.260 litros, que sinaliza que ações preventivas devam ser implementadas constantemente.

Em função do grande número de amostras é necessário o escalonamento das análises e os dados mostram que a empresa está atendendo a etapa de monitoramento do PQFL, que tem como finalidade confirmar que, ao longo do tempo, os fornecedores continuam atendendo aos requisitos legais e específicos estabelecidos, porém é necessário implementação de ações de melhorias.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALGER. Fatores que podem alterar a crioscopia do leite. **Blog Alger**, [20--]. Disponível em: <https://alger.com.br/fatores-que-podem-alterar-a-crioscopia-do-leite/>. Acesso em: 17 mai. 2021

ARCARI, M. A; SANTOS. M. V. Fatores que podem alterar a crioscopia do leite. São Paulo, **Coluna MilkPoint**, 2012. Disponível em: <https://www.milkpoint.com.br/colunas/marco-veiga-dos-santos/fatores-que-podem-alterar-a-crioscopia-do-leite-204319n.aspx>. Acesso em: 20 mar. 2021.

ALVARENGA, T.H.P; GAJO, A.A; AQUINO, A.C.M.S. Cadeia produtiva agroindustrial do leite: uma revisão no escopo do agronegócio. **Revista Agropampa**, v. 1, n. 1, janeiro–junho / 2020 - ISSN: 2525-877X. Disponível em: <https://periodicos.unipampa.edu.br/index.php/Agropampa/article/view/103247>. Acesso em: 20 mar. 2021.

AGNESE, A. P.; NASCIMENTO, A. M. D.; VEIGA, F. H. A.; PEREIRA, B. M.; OLIVEIRA, V. M. de. Avaliação físico-química do leite cru comercializado informalmente no Município de Seropédica – RJ. **Revista Higiene Alimentar**, v.16, n. 94. p. 58-61, 2002.

ANVISA - AGÊNCIA NACIONAL DE VIGILÂNCIA SANITÁRIA. Programa de Análise de Resíduos de Medicamentos Veterinários em Alimentos de Origem Animal – PAMVET, Relatório 2006-2007. Brasília: ANVISA, 2009.76p. Disponível em: <https://www.gov.br/anvisa/pt-br/centraisdeconteudo/publicacoes/alimentos/pamvet-monitoramento-de-residuos-em-leite-exposto-ao-consumo-relatorio-2006-2007.pdf>. Acesso em: 20 abr. 2021

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº 42, de 20 de dezembro de 1999. Alterar o Plano Nacional do Controle de Resíduos em Produtos de Origem Animal PNCR e os Programas de Controle de Resíduos em Carne - PCRC, Mel - PCRM, Leite - PCRL e Pescado - PCRP. **Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil**, Brasília, 22 de dez.1999, edição 244, seção 1, p. 213-227, 1999. Disponível em: <https://www.gov.br/agricultura/pt-br/assuntos/inspecao/produtos-animal/plano-de-nacional-de-controle-de-residuos-e-contaminantes/documentos-da-pncrc/instrucao-normativa-sda-n-o-42-de-20-de-dezembro-de-1999.pdf/view>. Acesso em: 22 mai. 2021

BRASIL. Ministério da Agricultura e do Abastecimento. Secretaria de Defesa Agropecuária. Instrução Normativa nº 68 de 12 de dezembro de 2006. Oficializa Métodos Analíticos Oficiais Físico-Químicos, para controle de leite e produtos lácteos. **Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil**, Poder Executivo, Brasília, DF, 14 dez.2006a. Disponível em: <https://wp.ufpel.edu.br/inspleite/files/2016/03/Instru%C3%A7%C3%A3o-normativa-n%C2%B0-68-de-12-dezembro-de-2006.pdf>. Acesso em: 07 mar. 2021.

BRASIL. Ministério da Agricultura e do Abastecimento. Secretaria de Defesa Agropecuária Instrução Normativa nº 69 de 13 de dezembro de 2006. Institui critério de avaliação da qualidade do leite in natura, concentrado e em pó, reconstituídos, com base no método analítico oficial físico-químico denominado Índice CMP. **Diário Oficial [da] República Federativa do**

Brasil., Poder Executivo, Brasília, DF, 15 dez. 2006b. Seção 1, p. 1. Disponível em: <https://www.legisweb.com.br/legislacao/?id=76819>. Acesso em: 07 mar. 2021.

BRASIL Decreto nº 9.013, de 29 de março de 2017 Regulamenta a Lei nº 1.283, de 18 de dezembro de 1950, e a Lei nº 7.889, de 23 de novembro de 1989, que dispõem sobre a inspeção industrial e sanitária de produtos de origem animal. **Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil**, Poder Executivo, Brasília- DF, 30 mar.2017,ed 62, Seção: 1,p.:3 Disponível em: https://www.in.gov.br/materia/-/asset_publisher/Kujrw0TZC2Mb/content/id/20134722/do1-2017-03-30-decreto-n-9-013-de-29-de-marco-de-2017-20134698. Acesso em: 06 mar. 2021.

BRASIL. Ministério da Agricultura e do Abastecimento. Secretaria de Defesa Agropecuária Instrução Normativa nº 76 de 26 de novembro de 2018. Regulamento técnico de identidade e qualidade de leite cru refrigerado, leite pasteurizado e leite pasteurizado tipo A. **Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil**, Poder Executivo, Brasília- DF, 30 nov. 2018a. Seção 1, p. 9. Disponível em: https://www.in.gov.br/materia/-/asset_publisher/Kujrw0TZC2Mb/content/id/52750137/do1-2018-11-30-instrucao-normativa-n-76-de-26-de-novembro-de-2018-52749894IN%2076. Acesso em: 20 mar. 2021.

BRASIL. Ministério da Agricultura e do Abastecimento. Secretaria de Defesa Agropecuária Instrução Normativa nº 77 de 26 de novembro de 2018. Estabelece critérios e procedimentos para a produção, acondicionamento, conservação, transporte, seleção e recepção do leite cru em estabelecimentos registrados no serviço de inspeção oficial. **Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil.**, Poder Executivo, Brasília- DF, 30 nov. 2018b, Seção 1, p. 10. Disponível em: https://www.in.gov.br/materia/-/asset_publisher/Kujrw0TZC2Mb/content/id/52750137/do1-2018-11-30-instrucao-normativa-n-76-de-26-de-novembro-de-2018-52749894IN%2076. Acesso em: 20 mar. 2021.

BRITO, J.R.F. Boas práticas agropecuárias na produção de leite. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE QUALIDADE DO LEITE, 3., 2008, Recife. **Anais[...]**, Recife: Universidade Federal Rural de Pernambuco, 2008, p.129-143.

BRITO, M. A. V. P.; BRITO, J. R. F. **Qualidade higiênica do Leite**. Juiz de Fora: Embrapa Gado de Leite/ Área de Difusão e Transferência de Tecnologias, 1998. (Documento nº 62). Disponível em: <https://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/bitstream/doc/593346/1/Qualidadehigienicadoleite.pdf>. Acesso em: 13 mar. 2021.

BRITO, M. A. V. P.; BRITO, J. R. F. Qualidade do leite. In: MADALENA, F. H; MATOS, L. L.; HOLANDA JR., E. V. (Org.). **Produção de leite e sociedade**. Belo Horizonte: FEPMVZ, 2001, p. 61-74.

BRITO, M. A. V. P; BRITO, J. R. F.; ARCURI, E; LANGE, C; SILVA, M; SOUZA, G. Crioscopia. Agronegócio do Leite. **Agência de Informação Embrapa**, Brasília, [20--a]. Disponível em: https://www.agencia.cnptia.embrapa.br/Agencia8/AG01/arvore/AG01_185_21720039246.html. Acesso em 20 mar. 2021.

BRITO, M. A. V. P.; BRITO, J. R. F.; ARCURI, E; LANGE, C; SILVA, M; SOUZA, G. Acidez Titulável. Agronegócio do Leite. **Agência de Informação Embrapa**, [20--b]. Disponível em: https://www.agencia.cnptia.embrapa.br/Agencia8/AG01/arvore/AG01_194_21720039246.html. Acesso em 27 mar. 2021.

BRITO, J. R. F.; DIAS, J. C. **A qualidade do leite**. São Paulo: Tortuga, 1998. 98p

CARVALHO, G. R. **A Indústria de laticínios no Brasil: passado, presente e futuro**. Juiz de Fora: Embrapa Gado de leite, 2010. 12p. (Circular Técnica CNPGL, 102) Disponível em: <https://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/bitstream/doc/870411/1/CT102.pdf>. Acesso em 10 abr. 2021.

CASTANHEIRA, A.C.G. **Manual básico controle de qualidade de leite e derivados**. São Paulo: Edição Cap-Lab Indústria e Comércio Ltda, 2012.

CONTI, L. H. A; SANTOS, M. V. Fatores que afetam a estabilidade térmica do leite ao teste do álcool – Parte 1. São Paulo, **Coluna MilkPoint**, 2009. Disponível em: <https://www.milkpoint.com.br/colunas/marco-veiga-dos-santos/fatores-que-afetam-a-estabilidade-termica-do-leite-ao-teste-do-alcool-parte-1-57809n.aspx>. Acesso em: 07 mar. 2021.

CONTROLE de resíduos de antimicrobianos no leite. **Ourofino saúde animal**, 2017. Disponível em: <https://www.ourofino.saudeanimal.com/ourofinoemcampo/categoria/artigos/controle-de-residuos-de-antimicrobianos-no-leite/#:~:text=Ap%C3%B3s%20a%20aplica%C3%A7%C3%A3o%20os%20antibi%C3%B3ticos,com%20res%C3%ADduos%20nos%20demais%20quartos>. Acesso em 27 mar. 2021.

DAS, S.; SIVARAMAKRISHNA, M.; BISWAS, K.; GOSWAMI, I. Performance study of a constant phase angle-based impedance sensor to detect milk adulteration. **Sensors and Actuators A, Physical**, v. 167, n.2, p. 273-278, 2011. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.sna.2011.02.041>.

DUMONT, P. S. Tecnologia na palma da mão para detectar leite adulterado. **Jornal Hoje em Dia**, 23 nov. 2015. Disponível em: <https://www.hojeemdia.com.br/horizontes/tecnologia-na-palma-da-m%C3%A3o-para-detectar-leite-adulterado-1.345204>. Acesso em 20 mar. 2021.

EDUCAPOINT. Teste do alizarol: como interpretar e evitar perdas de leite na fazenda. **Blog educapoint**, 2019. Disponível em: <https://www.educapoint.com.br/blog/pecuaria-leite/teste-alizarol-como-interpretar-e-evitar-perdas/>. Acesso em: 08 mar. 2021

FAGNANI, R. Resumão das INs 76 e 77 de qualidade do leite. **MilkPoint**.15 mai 2019. Disponível em: <https://www.milkpoint.com.br/colunas/rafael-fagnani/resumao-das-ins-76-e-77-elas-estao-chegando-212785/>. Acesso em 02 abr. 2021.

FGV. O setor de laticínios no Brasil e suas interações com o comércio internacional. **Europe Projetos**, Rio de Janeiro, [20--]. Disponível em: https://gvagro.fgv.br/sites/gvagro.fgv.br/files/u115/laticinios_fgv_PT.pdf. Acesso em 10 abr. 2021.

FONSECA, L.F.L. da; SANTOS, M.V.dos. Qualidade do Leite e Controle de mastite. São Paulo, **Lemos Editorial**, 2000. Disponível em: <https://www.bdpa.cnptia.embrapa.br/consulta/busca?b=ad&id=497743&biblioteca=vazio&busca=autoria:%22F%22&qFacets=autoria:%22F%22&sort=&paginaacao=t&paginaAtual=2366>. Acesso em: 03 abr. 2021.

GARSKE, R. P. **Determinação rápida e direta de acidez de alimentos semi-sólidos através de entalpimetria no infravermelho**, 2018. Disponível em: <https://www.lume>

.ufrgs.br/bitstream/handle/10183/189124/001086654.pdf?isAllowed=y&sequence=1. Acesso em: 03 abr. 2021.

GURGEL; D. **Análises dos parâmetros físico-químicos do leite cru produzido por pequenos produtores da cidade de Mossoró e região**. 2017. Trabalho de Conclusão de Curso (Bacharelado em Engenharia Química) - Universidade Federal Rural do Semiárido Campus Mossoró, Mossoró, 2017. Disponível em: <https://repositorio.ufersa.edu.br/handle/prefix/5518>. Acesso em 10 abr. 2021.

HARDING, F. **Milk quality**. London: Chapman & Hall. 166p.,1995.

HORTA, M. Métodos diagnósticos de resíduos de antibióticos no leite. **Milkpoint**. 2017. Disponível em: <https://www.milkpoint.com.br/colunas/pdpl/metodos-diagnosticos-de-residuos-de-antibioticos-no-leite-206255n.aspx>. Acesso em 27 mar. 2021.

INDÚSTRIA láctea: entenda a importância do controle de qualidade. **Food Connection**. 22 Jan, 2018. Disponível em: <https://www.foodconnection.com.br/tecnologia/industria-lactea-entenda-importancia-do-controle-de-qualidade>. Acesso em 20 mar. 2021.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 2008, 1020 p. Disponível em: http://www.ial.sp.gov.br/resources/editorinplace/ial/2016_3_19/analisedealimentosial_2008.pdf. Acesso em 20 mar. 2021.

LANAGRO- LABORATÓRIO NACIONAL AGROPECUÁRIO Determinação de acidez titulável em leite fluido. **Ministério da Agricultura e do Abastecimento**, 2013. Disponível em: <https://www.gov.br/agricultura/pt-br/assuntos/laboratorios/credenciamento-e-laboratorios-credenciados/legislacao-metodos-credenciados/arquivos-metodos-da-area-poa-iqa/met-poa-20-01-acidez-em-leite-fluido.pdf>. Acesso em: 27 mar. 2021.

LIMA, L. P; PEREZ, R; CHAVES, J. A Indústria de Laticínios no Brasil – um estudo exploratório. **Boletim Centro de Pesquisa de Processamento de Alimentos**. Curitiba, v.35, n.1, p.1-13, 2017. ISSN:19839774. Disponível em: <https://revistas.ufpr.br/alimentos/article/view/55942>. Acesso em 10 abr. 2021.

LOBATO, C. L. D. S.; DE LOS SANTOS, J. R. G. Resíduos de antibióticos no leite: causas e impactos para a indústria e saúde pública. **Science and Animal Health**. v.7, n.3, p. 232-250 set/dez 2019. ISSN: 2318-356X. Disponível em: <https://periodicos.ufpel.edu.br/ojs2/index.php/veterinaria/article/download/17501/11906>. Acesso em 10 abr. 2021.

MAPA- MINISTÉRIO DA AGRICULTURA PECUÁRIA E ABASTECIMENTO Plano de Nacional de Controle de Resíduos e Contaminantes- PNCRC. Brasília, 2019 <https://www.gov.br/agricultura/pt-br/assuntos/inspecao/produtos-animal/plano-de-nacional-de-controle-de-residuos-e-contaminantes>

MAPA- MINISTÉRIO DA AGRICULTURA PECUÁRIA E ABASTECIMENTO. Perguntas e respostas IN76 e 77/18 – Qualidade do Leite - 3ª edição. Brasília, 2020a. Disponível em: <https://www.gov.br/agricultura/pt-br/assuntos/inspecao/produtos-animal/arquivos-publicacoes>

-dipoa/perguntas-e-respostas-in76-e-7718-2013-qualidade-do-leite.pdf/view. Acesso em 07 mai. 2021.

MAPA- MINISTÉRIO DA AGRICULTURA PECUÁRIA E ABASTECIMENTO. Plano de Qualificação de Fornecedores de Leite. Brasília, 2020b. Disponível em: <https://www.gov.br/agricultura/pt-br/assuntos/producao-animal/plano-de-qualificacao-de-fornecedores-de-leite>. Acesso em 08 mai. 2021.

MAPA - MINISTÉRIO DA AGRICULTURA PECUÁRIA E ABASTECIMENTO Coordenação Geral de Produção Animal Brasília, Guia orientativo para elaboração do Plano de Qualificação de Fornecedores de Leite -PQFL, Versão 17, Brasília, ago 2020c. Disponível em: <https://www.gov.br/agricultura/pt-br/assuntos/producao-animal/arquivos/PQFL01Guia paraelaboraov.17b.pdf>. Acesso em 08 mai. 2021.

MARTINS. C. Leite Instável Não Ácido (LINA): O que você precisa saber. Qualidade do leite. Santa Catarina, **Blog Bionexus**, 2017. Disponível em: <https://www.bionexus.com.br/site/leite-instavel-nao-acido-lina-o-que-voce-precisa-saber/>. Acesso em: 07 mar. 2021.

MERCOSUL – MERCADO COMUM DO SUL. Resolução GMC nº 54/2000, dispõe sobre metodologias analíticas, ingestão diária admissível e limites máximos de resíduos para medicamentos veterinários em alimentos de origem animal, 2000. Disponível em: <http://www.sice.oas.org/trade/mrcsrs/resolutions/Res5402p.asp>. Acesso em 07 mar. 2021

MILANI, M. P. Qualidade do leite em diferentes sistemas de produção, anos e estações climáticas no noroeste do Rio Grande do Sul. 2011. 69 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Ciência e Tecnologia de Alimentos, Universidade de Santa Maria, Santa Maria, 2011. Disponível em: <https://repositorio.ufsm.br/handle/1/5711>. Acesso em 07 mai. 2021.

NASCIMENTO; W. W. G.; SOUZA, M. P. F.; VALENTE; A. C. M. M.; ANJOS, V. C.; FURTADO; M. A. M.; BELL, M. J. V. **Resultados a partir de equipamento portátil e de baixo custo desenvolvido para detecção de adulterações em leite** In: VIEIRA, B. V; PIOVESA, N. Inovação em Ciência e Tecnologia de Alimentos 2 [recurso eletrônico] . Ponta Grossa, PR: Atena Editora, cap 31, p. 274- 281. 2019. – (Inovação em Ciência e Tecnologia de Alimentos; v. 2) ISBN 978-85-7247-699-7 DOI 10.22533/at.ed.997190910.

OLIVEIRA, N.P.M.; OLIVEIRA, M.A.C.; SOUZA, W.W.; SENA, J.A.; BEZERRA, D.P. Determinação do teor de gordura total em diferentes tipos de leite. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE QUÍMICA, 55, 2015, Goiânia. **Anais[...]** Goiânia: Associação Brasileira de Química, 2015. Disponível em: <http://www.abq.org.br/cbq/2015/trabalhos/4/7339-18862.html#:~:text=O%20leite%20C3%A9%20o%20produto,e%20de%20odor%20pouco%20acentuado>. Acesso em 10 abr. 2021.

PHILPOT, W. N.; NICKERSON, S. C. Vencendo a luta contra a mastite. São Paulo: Milkbuzz/Westfalia Surge, 2002. 192 p.

POLYCARPO, R.C. Estresse nutricional x qualidade do leite. **Coluna MilkPoint**, 2007. Disponível em: <https://www.milkpoint.com.br/artigos/producao-de-leite/estresse-nutricional-x-qualidade-do-leite-41674n.aspx>. Acesso em: 03 abr. 2021.

PZL. Crioscópio Eletrônico PZL 7000. **Pzl tecnologia.com.br** 2021. Disponível em: <http://pzltecnologia.com.br /laticinios/crioscopio-eletronico-pzl-7000/>. Acesso em 20 mar. 2021.

RESIDUOS de antibióticos no leite: um problema que tem solução. Juiz de Fora, **Coluna Agrolink**, 2006. Disponível em: https://www.agrolink.com.br/saudeanimal/artigo/residuos-de-antibioticos-no-leite--um-problema-que-tem-solucao_51621.html. Acesso em 27 mar. 2021.

RODRIGUES, R.; FONSECA, L. M.; SOUZA, M. R. **Acidez do leite**. Cadernos Técnicos da Escola de Veterinária da UFMG, n.13, p.63- 72, 1995.

SANTOS SILVA, A.; SILVA, A.S.; SANTOS, J. M.A; BARBOSA SANTOS, M.B.; SILVA, R.A. Avaliação físico-química de leite bovino utilizando pó de repolho roxo. *In*: CONGRESSO BRASILEIRO DE QUÍMICA, 53.,2013, Rio Janeiro. **Anais [...]**. Rio de Janeiro: ABQ - Associação Brasileira de Química, 2013. Disponível em: <http://www.abq.org.br/cbq/2013/trabalhos/7/2674-13946.html>. Acesso em: 08 mar. 2021.

SCIO SCIRE DOMINIUM. Erros absolutos e relativos. **Blog Scio Sire Dominium** 2010. Disponível em: <https://biztechbrz.wordpress.com/2010/11/01/erros-absolutos-e-relativos/#~:text=Um%20ponto%20essencial%20na%20precis%C3%A3o,o%20nome%20de%20erro%20relativo>. Acesso em: 03 abr. 2021.

SESSA, M. S. M. **Rotinas de análises físico-químicas de leite**. Universidade Federal do Espírito Santo, 2018. Apostila de Tecnologia de Produto de Origem Animal I, cap 5, anexo II. Disponível em: https://www.agais.com/tpoa1/curso/capitulo_5_tpoa1_leite_analise_2008_%20parte3.pdf. Acesso em: 03 abr. 2021.

SILVA, C. R.; LOPES, A. A.; SILVA, D. R.; GAVIOLI, F. S.; COSTA, J. F; OLIVEIRA, G. S.; FONTES, E. A. F.; PRATA JÚNIOR, A. Qualidade físico-química e microbiológica de leite cru refrigerado em tanques de expansão no município de Silveirânia, MG. **Revista do Instituto de Laticínios Cândido Tostes**, v. 61, n. 351, p. 201-204, 2006.

SILVA, G.; SILVA, A. M. A. D.; FERREIRA, M. P. B. **Processamento de leite**. Recife: EDUFRPE, 2012. 167 p. (Curso técnico em alimentos). Disponível em: http://pronatec.ifpr.edu.br/wp-content/uploads/2012/07/Derivados_do_Leite.pdf. Acesso em: 07 mar. 2021.

SILVAH. O.; AGUILARC. E. G.; ROSSIG. A. M.; VIDALA. M. C. Análise do teste de alizarol do leite de um laticínio do município de São Luis de Montes Belos, estado de Goiás, Brasil. **Revista de Educação Continuada em Medicina Veterinária e Zootecnia do CRMV-SP**, v. 14, n. 3, p. 95-95, dez. 2016. Disponível em: <https://www.revistamvez-crmvsp.com.br/index.php/recmvz/article/view/35029>. Acesso em: 07 mar. 2021.

SOARES, F. U. **Análise da cadeia produtiva leiteira**. 2012. Seminário (Disciplina Seminários Aplicados) - Programa de Pós Graduação em Ciência Animal, Escola de Veterinária e Zootecnia, Universidade Federal de Goiás Disponível em: https://files.cercomp.ufg.br/weby/up/67/o/Seminario_I_-_Prof._Fernando_Uhlmann_Soares-_DIN_TER.pdf?1352805440. Acesso em 10 abr. 2021.

SOCIEDADE BRASILEIRA DE FARMACOGNOSIA. Química do leite. Apostila de Aula Prática de Farmacognosia UFBA. Salvador-BA, [201-]. Disponível em: <http://www.sbfgnosia.org.br/index.html>. Acesso em 02 abr. 2021.

SOUZA, K. A. F. D.; NEVES, V.A. **Análise de alimentos: pesquisa dos componentes do leite**. Experimentos de Bioquímica, Araraquara: UNESP, [20--]. Disponível em: http://www.fcfar.unesp.br/alimentos/bioquimica/analise_leite/analise_leite.htm. Acesso em 10 abr. 2021.

SOUZA, M. P.; AMIN, M. M.; GOMES, S. T. Agronegócio do leite: características da cadeia produtiva do estado de Rondônia. **Revista de Administração e Negócios da Amazônia**, v.1, n.1, 2009. Disponível em: <https://www.periodicos.unir.br/index.php/rara/article/viewArticle/4>. Acesso em: 17 abr. 2021.

UFJF NOTÍCIAS. Equipamento que mede qualidade do leite recebe patente pelo Inpi. **Revista A3** Universidade Federal de Juiz de Fora – Notícias, Juiz de Fora, 06 jun. 2018. Disponível em: <https://www2.ufjf.br/noticias/2018/06/06/equipamento-que-mede-qualidade-do-leite-recebe-patente-pelo-inpi/>. Acesso em 20 mar. 2021.

VALSECHI, O.A. O leite e seus derivados. Tecnologia de produtos Agrícolas de Origem Animal. Araras: Universidade Federal de São Carlos, 2001.

VIEIRA, R. P.; JERÔNIMO, M. C.; SANDA, R. T.; ORSINE, J. V. C. Qualidade do leite informal comercializado nas cidades de Ipameri e Orizona – Goiás. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, Campina Grande, v. 16, n.2, p. 217- 222, ISSN: 1517-8595, 2014. Disponível em: <http://deag.ufcg.edu.br/rbpa/rev162/Art16212.pdf>. Acesso em 13 mar. 2021.

ZANELA, B.M; RIBEIRO, R. E. M; FISCHER, V. **Nível de Instabilidade do leite ao álcool**. Pelotas-RS: Embrapa Clima Temperado, jun. 2018.7p. (Circular Técnica , 189) Disponível em: <https://ainfo.cnptia.embrapa.br/digital/bitstream/item/183079/1/CIRCULAR-189.pdf>. Acesso em: 13 mar. 2021.

APENDICE 1 - TERMO DE AUTORIZAÇÃO DE PUBLICAÇÃO DE PRODUÇÃO ACADÊMICA

RESOLUÇÃO nº038/2020-CEPE

ANEXO I

Termo de autorização de publicação de produção acadêmica

A estudante Karolayne Silva de Oliveira do Curso de Engenharia de Alimentos, matrícula 2016.2.0029.0138-8, telefone (62)993416043, e-mail karolaynes.oliveira@hotmail.com, na qualidade de titular dos direitos autorais, em consonância com a Lei nº 9.610/98 (Lei dos Direitos do autor), autoriza a Pontifícia Universidade Católica de Goiás (PUC Goiás) a disponibilizar o Trabalho de Conclusão de Curso intitulado Estudo da frequência de não conformidades na matéria prima em um laticínio e propostas de ações corretivas, gratuitamente, sem ressarcimento dos direitos autorais, por 5 (cinco) anos, conforme permissões do documento, em meio eletrônico, na rede mundial de computadores, no formato especificado (Texto (PDF); Imagem (GIF ou JPEG); Som (WAVE, MPEG, AIFF, SND); Vídeo (MPEG, MWV, AVI, QT); outros, específicos da área; para fins de leitura e/ou impressão pela internet, a título de divulgação da produção científica gerada nos cursos de graduação da PUC Goiás.

Goiânia, 02 de dezembro de 2021

Assinatura da autora: *Karolayne Silva de Oliveira*

Nome completo do autor: Karolayne Silva de Oliveira

Assinatura do professor-orientador: 

Professor-orientador: Profª Ma Maria Isabel Dantas de Siqueira