

## **ANÁLISE DE CONTAMINANTES INTENCIONAIS DO LEITE POR MÉTODOS OFICIAIS**

**MICHEL VIEIRA SOARES<sup>1</sup>; ROSANE TERESINHA HECK<sup>2</sup>; ERICK FERNANDES DE OLIVEIRA<sup>3</sup>; LUIZA CARDONA TAROUÇO<sup>4</sup>; MAYKE OCHNER CASATI<sup>5</sup>; ESTEVÃO MARTINS DE OLIVEIRA<sup>6</sup>**

<sup>1</sup>Universidade Federal do Pampa – *michel\_v\_soares@hotmail.com*

<sup>2</sup>Universidade Federal do Pampa – *heck.rosane@hotmail.com*

<sup>3</sup>Universidade Federal do Pampa – *erickfernandes@live.fr*

<sup>4</sup>Universidade Federal do Pampa – *luizactarouco@gmail.com*

<sup>5</sup>Universidade Federal do Pampa – *mayke\_ochner@hotmail.com*

<sup>6</sup>Universidade Federal do Pampa – *estevan.oliveira@unipampa.edu.br*

### **1. INTRODUÇÃO**

O DECRETO Nº 39.688 DE 30 DE AGOSTO DE 1999 em seu Art. 167 dispõe: - Além dos casos específicos previstos neste Regulamento, são consideradas adulterações, fraudes ou falsificações como regra geral: II – Fraudes:

- a) alteração ou modificação total ou parcial de um ou mais elementos normais do produto, de acordo com os padrões estabelecidos ou fórmulas aprovadas pelo CISPOA;
- b) quando as operações de manipulação e elaboração forem executadas com a intenção deliberada de estabelecer falsa impressão quanto aos produtos fabricados;
- c) supressão de um ou mais elementos e substituição por outros visando o aumento de volume ou de peso, em detrimento de sua composição normal ou do valor nutritivo intrínseco;
- d) conservação com substâncias proibidas;
- e) especificação total ou parcial na rotulagem de um determinado produto que não seja o contido na embalagem ou recipiente. Não obstante, as práticas comerciais visando essencialmente ao lucro tem se valido de recursos escusos e vão de encontro aos dispositivos deste artigo. O produto de maior necessidade de consumo é o leite, e cujos custos de produção e repasse trazem baixo valor agregado tanto ao produtor, quanto ao segmento de beneficiamento e distribuição. Isto, também é um fator que leva a alguns elos da cadeia produtiva a buscar artifícios ilícitos para obterem maior retorno na venda de seu produto.

A produção e o beneficiamento do leite tanto pela indústria quanto nas pequenas propriedades rurais estão sujeitas à fiscalização do Ministério da Agricultura. Entretanto tem ocorrido com frequência a adulteração intencional do leite, neste caso, considerada como fraude, com o objetivo de mascarar ou alterar a constituição química e física do leite e a fim de evitar perdas ou extrapolar ganhos. A adição de formol ou peróxido de hidrogênio são as práticas mais comuns, sendo que recentemente este problema tomou vulto na mídia pelo problema originado em algumas empresas do Estado do Rio Grande do Sul. As ações do Ministério da Agricultura e da Secretaria de Vigilância Sanitária do Estado permitiram a identificação deste problema, entretanto no RS os órgãos de fiscalização e controle sanitário são poucos e também se utilizam de métodos oficiais de análise que são demorados, e geram resíduos químicos. A segurança do consumo de alimentos está associada também à eficiência dos órgãos de

controle fiscal e sanitário, entretanto a resposta rápida de um laudo analítico nem sempre é obtida.

Assim, o presente trabalho tem por objetivos comparar dados analíticos por métodos tradicionais e reconhecidos das amostras de leite testadas, contendo contaminantes químicos a fim de criar um banco de dados com os resultados das análises obtidas por métodos reconhecidos para posterior estudo por outros métodos, podendo assim rastrear a qualidade do leite disponível no mercado.

## 2. METODOLOGIA

As análises foram realizadas em duplicata com amostras coletadas ao acaso, de diferentes lotes, indústrias e regiões do estado e ainda de outros estados, obtidas no mercado consumidor, e amostras adicionadas destes contaminantes para a execução dos testes. As substâncias adicionadas ao leite tiveram especificações comerciais comuns, sem grau analítico de elevada pureza, com o fim de reproduzir os produtos comumente utilizados para a fraude. As concentrações utilizadas foram variáveis de acordo com fim que se deseja e com as características do leite. Para efeito comparativo foram utilizadas amostras de leite processado tipo UHT. As amostras padrões foram certificadas como dentro dos requisitos legais de controle sanitário.

Os métodos de referência do Instituto Adolfo Lutz /São Paulo (IAL, 1985) enumerados e transcritos a seguir foram os executados para a análise de contaminantes intencionais (formaldeído, peróxido de hidrogênio) em amostras de leite fraudadas e padrões.

446/IV Leites – Identificação de formaldeído com floroglucina  
A floroglucina reage com o formaldeído, produzindo um derivado hidroximetilado de coloração salmão

447/IV Leites – Identificação de formaldeído com cloreto férrico  
O formaldeído em meio ácido e na presença de íon férrico produz, por aquecimento, um complexo de coloração roxa.

448/IV Leites – Identificação de formaldeído com ácido cromotrópico  
O formaldeído aquecido com ácido cromotrópico em presença de ácido sulfúrico, origina um produto de condensação que, oxidado posteriormente, transforma-se em um composto p-quinoidal de coloração violeta.

443/IV Leites – Identificação de peróxido de hidrogênio com guaiacol  
O aparecimento de uma cor salmão indicara a presença de peróxido de hidrogênio.

444/IV Leites – Identificação de peróxido de hidrogênio com pentóxido de vanádio  
O óxido de vanádio em meio ácido sulfúrico reage com o peróxido de hidrogênio formando o ácido ortoperóxivanádico de coloração rósea ou vermelha.

445/IV Leites – Identificação de peróxido de hidrogênio com iodeto  
O desenvolvimento de uma coloração azul indica teste positivo em meio ácido e na presença de amido.

A modelagem experimental conta com dois contaminantes combinados ou isolados prevendo-se então:

1. Formol;
2. Peróxido de hidrogênio;
3. Formol e peróxido de hidrogênio.

Os resultados obtidos nas análises tradicionais serão tratados estatisticamente pelo software estatístico Statistica Advanced + QC – Versão 9.10 Statsoft.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

Tabela 1: Dados das amostras de leite UHT e tempo de análise.

Amostras	Data de Fabricação	Validade	Cidade de Fabricação	Tempo de Análise (min)
1	01/04/2013	31/07/2013	Estrela/RS	92
2	23/04/2014	23/08/2014	Passo Fundo/RS	87
3	23/04/2014	23/08/2014	Passo Fundo/RS	74
4	16/06/2014	16/10/2014	Carazinho/RS	63
5	08/07/2014	05/11/2014	Carlos Barbosa/RS	76

Fonte: Autor, 2014.

Tabela 2: Dados dos resultados de análise.

Amostras	Análises					
	446/IV	447/IV	448/IV	443/IV	444/IV	445/IV
1	Negativo	Negativo	Negativo	Negativo	Negativo	Negativo
2	Positivo	Negativo	Positivo	Negativo	Positivo	Positivo
3	Positivo	Negativo	Positivo	Negativo	Negativo	Negativo
4	Positivo	Negativo	Positivo	Negativo	Negativo	Negativo
5	Negativo	Negativo	Negativo	Negativo	Negativo	Negativo

Fonte: Autor, 2014.

Avaliando os resultados do tempo de análise mostrados na tabela 1 podemos estimar como tempo médio de análise 78,4 min. Sendo que maior parte deste tempo é destinado a destilação do mesmo, não causando maiores danos a estrutura bioquímica do produto a ser analisado.

Com relação aos dados apresentados na tabela 2 e levando em conta que a amostra 2 teve uma contaminação intencional de 2% dos contaminantes estudados, pode-se prever que os métodos 447/IV e 443/IV não apresentam uma precisão aceitável para os objetivos do presente trabalho. Os métodos 446/IV e 448/IV, para as amostras 3 e 4, apresentaram resultados de coloração semelhante ao esperado para o teste ser positivo porem bastante discrepante da verificada na amostra 2 (contaminada 2%), o método 444/IV e 445/IV apresentaram resultados satisfatório para determinação de Peróxido e hidrogênio.

### 4. CONCLUSÕES

Assim, conclui-se que apesar do pequeno número de amostras utilizadas se pode confirmar que os métodos qualitativos de análise podem ser utilizados como auxilio na determinação de contaminantes intencionais do leite, contribuindo com outros métodos mais precisos.

## 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

**INSTITUTO ADOLFO LUTZ. Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz. v. 1: Métodos químicos e físicos para análise de alimentos, 3. ed. São Paulo: IMESP, 1985. p. 218-220**  
DECRETO Nº 39.688 DE 30 DE AGOSTO DE 1999. AMORIN, D.N.S. Azoto Ureico no leite (AUL/MUN) Uma ferramenta de gestão ambiental e nutricional. Dissertação de Mestrado. Universidade dos Açores- Dpto de Biologia, Ponta Delgada. 2008.

Operação descobre fraude em transportadora de leite no RS Disponível em: <http://www.agricultura.gov.br/animal/noticias/2013/11/operacao-descobre-fraude-em-transportadora-de-leite-no-rs> Acessado em 17/02/2014

RS: investigação aponta adição de água oxigenada em nova fraude no leite. Disponível em: <http://noticias.terra.com.br/brasil/policia/rs-investigacao-aponta-adicao-de-agua-oxigenada-em-nova-fraude-no-leite,da333d8778232410VgnVCM3000009af154d0RCRD.html> – Acessado em 17/02/2014

Justiça de Ibirubá condena seis pessoas por fraude no leite no RS Disponível em: <http://g1.globo.com/rs/rio-grande-do-sul/campo-e-lavoura/noticia/2013/12/justica-de-ibiruba-condena-seis-pessoas-por-fraude-no-leite-no-rs.html> Acessado em: 17/02/2014