

**JESSIKA FERNANDA ROCHA MENSEN**

**CONTROLE DA QUALIDADE: ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS DO LEITE E  
DERIVADOS EM UMA INDÚSTRIA DE BENEFICIAMENTO DE LEITE**

**CURITIBA  
2015**

**JESSIKA FERNANDA ROCHA MENSEN**

**CONTROLE DA QUALIDADE: ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS DO LEITE E  
DERIVADOS EM UMA INDÚSTRIA DE BENEFICIAMENTO DE LEITE**

Trabalho apresentada para conclusão do  
Curso de Zootecnia da Universidade  
Federal do Paraná.

Orientador: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup> Júlia Arantes  
Galvão

**CURITIBA**

**2015**

## TERMO DE APROVAÇÃO

JESSIKA FERNANDA ROCHA MENSEN

### CONTROLE DE QUALIDADE: ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS DO LEITE E DERIVADOS EM UMA INDÚSTRIA DE BENEFICIAMENTO DE LEITE

Trabalho de conclusão de curso aprovado como requisito parcial para obtenção do grau de Bacharel em Zootecnia pela Universidade Federal do Paraná.

#### BANCA EXAMINADORA

Prof. Julia Arantes Galvão

Departamento de Medicina Veterinária

Presidente da Banca

---

Prof. Deocy França

Departamento de Medicina Veterinária

---

Prof. Maity Zopollatto

Departamento de Zootecnia

Curitiba  
2015

## AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus, que sempre esteve ao meu lado e me concedeu a oportunidade de viver com saúde para chegar até onde cheguei.

Aos meus pais Luiz e Sandra, pelo amor, dedicação, compreensão, força e incentivo nos momentos alegres, e principalmente nos difíceis; por fornecer as condições necessárias para que eu pudesse estudar e me manter firme em minha graduação, em especial naqueles momentos onde tive vontade de desistir.

A minha irmã Juliana e meu cunhado Wilian, pelo apoio e colaboração fornecidos sempre que precisei.

A minha querida sobrinha Gabriella, que alegrava meus dias mais tristes com seus sorrisos e carinhos.

A minha amada avó Leonice *in memoriam*, que sempre sentiu orgulho de quem sou e que me deu seu amor e carinho, e quem mais torceu pela minha formação.

Aos meus outros avós, João Osni, João Mensen e Terezinha, pelo apoio e amor fornecido.

A todos os meus outros parentes, que de alguma forma contribuíram para minha formação, em especial aos meus tios Marcos e Vera, pelo apoio e espaço em sua casa, para que se fizesse possível a conclusão desse estágio. Agradeço também aos meus tios Antonio, Eliane e Fabiane, que também me apoiaram e me incentivaram ao longo de minha graduação e estágio.

A todos os professores e servidores da Universidade Federal do Paraná pela paciência, sermões, incentivos e ensinamentos, que me fizeram chegar aonde cheguei em especial ao professor Deocy França, que foi o primeiro a me incentivar a seguir na área de Tecnologia de Alimentos.

A querida professora Júlia Galvão, por aceitar e me orientar nessa etapa final, sendo sempre tão anteciosa, gentil e preocupada.

Aos meus colegas de curso e amigos, por estarem ao meu lado apoiando e ajudando em minha formação.

Aos meus colegas, que se tornaram amigos, da indústria CONFEPAR, Jaime, Vagner, Everaldo, Denis, Francisco, Marcelo, Marcio, Ícaro, Wilson, Guimarães e Érica, pelos ensinamentos, amizade e companheirismo. E também a todos os funcionários que colaboraram de alguma forma para esse.

Ao meu supervisor Fernando Maciel, por aceitar e fazer possível a realização deste estágio, bem como pela confiança ao me deixar sobre auxilio de profissionais competentes e pacientes.

## **LISTA DE ILUSTRAÇÕES**

|  |    |
|--|----|
| Figura 1: Fluxograma de produção do leite pasteurizado. Fonte: Ohi et al (2010) ....   | 24 |
| Figura 2. Fachada da matriz da Confepar em Londrina-PR. Fonte: Arquivo pessoal.  |    |
| .....  | 27 |
| Figura 3. Fluxograma do processo de pasteurização. Fonte: Elaborado pela autora.   |    |
| .....  | 31 |
| Figura 4. Ponto de viragem da acidez de Dornic. Fonte: Arquivo pessoal. ....   | 36 |
| Figura 5. Estabilidade ao álcool. Fonte: Arquivo pessoal. ....   | 37 |
| Figura 6. Prova da Redutase. Fonte: Arquivo pessoal. ....  | 39 |
| Figura 7. Densímetro (1) e aerômetro de Baumê (2). Fonte: Arquivo pessoal. ....  | 41 |
| Figura 8. Tipos de butirômetros. Fonte: Arquivo pessoal. ....  | 42 |
| Figura 9. Exemplo de resultado no dispositivo Charm test. Fonte: Arquivo pessoal. 44   |    |
| Figura 10. Peroxidase e Fosfatase do leite cru. Fonte: Arquivo pessoal. ....   | 45 |
| Figura 11. Resultados negativos para fraudes por adição de conservantes, inibidores<br>e reconstituintes. Fonte: Arquivo pessoal. .... | 47 |
| Figura 12. Aparelho refratométrico BRIX. Fonte: Arquivo pessoal. ....  | 48 |
| Figura 13. Aparelho leitor de umidade. Fonte: Arquivo pessoal. ....  | 55 |
| Figura 14. Analise de Sedimento. Fonte: Arquivo Confepar. ....   | 56 |
| Figura 15. Cone de sedimento. Fonte: Arquivo pessoal. ....   | 57 |
| Figura 16. Análise de peso específico. Fonte arquivo pessoal. ....   | 60 |
| Figura 17. Testes realizados na embalagem do leite UHT. Fonte: Arquivo pessoal. 62   |    |
| Figura 18. Leitura da análise de umidade na manteiga. Fonte: Arquivo pessoal. ....   | 64 |
| Figura 19. Leitura da análise de gordura na manteiga. Fonte: Arquivo pessoal. ....   | 64 |

## LISTA DE TABELAS

|  |    |
|--|----|
| Tabela 1. Composição média de um litro de leite de vaca .....  | 15 |
| Tabela 2. Resumo dos testes de controle do grau de aquecimento do leite. ....                                    | 21 |
| Tabela 3. Análises físico-químicas realizadas após a captação da matéria-prima na<br>plataforma de recepção..... | 34 |
| Tabela 4. Características físico-químicas do leite cru conforme Instrução Normativa<br>n° 62/2011.....           | 35 |
| Tabela 5. Interpretação de resultados pelo teste de alizarol .....   | 38 |
| Tabela 6. Resultados de antibióticos encontrados no Kit Charm® .....   | 43 |
| Tabela 7. Teste de fraudes por adição de conservantes, inibidores e reconstituintes.<br>.....                    | 46 |
| Tabela 8. Valores para Densidade e Extrato Seco Total do soro.....   | 49 |
| Tabela 9. Análises físico-químicas realizadas no silo ou maturador cheio.....                                    | 50 |
| Tabela 10. Padrões estabelecidos para análises físico-químicas do creme .....                                    | 51 |
| Tabela 11. Análises físico-químicas realizadas para controle de estoque .....                                    | 51 |
| Tabela 12. Análise físico-químicas dos produtos acabados.....  | 52 |
| Tabela 13. Características Físico-químicas do leite em pó. ....  | 54 |
| Tabela 14. Análise físico-químicas dos produtos ao último dia de validade.....                                   | 66 |
| Tabela 15. Análises e resultados da água industrial. ....  | 67 |

## **LISTA DE ABREVIAÇÕES**

- CBT: Contagem Bacteriana Total.
- CCS: Contagem de células somáticas.
- EST: Extrato Seco Total
- ESD: Extrato Seco Desengordurado.
- LPD: Leite em Pó Desnatado.
- LPI: Leite em Pó Integral.
- MAPA: Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento.
- pH: potencial hidrogeniônico.
- SIF: Serviço de Inspeção Federal.
- SNG: Sólidos não gordurosos.
- UHT: Leite Ultra Alta Temperatura.
- <sup>º</sup>B: Graus Brix.
- <sup>º</sup>C: Graus Celsius.
- <sup>º</sup>D: Graus Dornic.
- <sup>º</sup>GL graus Gay Lussac.
- <sup>º</sup>H graus Hortvert.

## SUMÁRIO

|  |    |
|--|----|
| 1. INTRODUÇÃO .....  | 12 |
| 2. OBJETIVOS .....   | 13 |
| 3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....   | 14 |
| 3.1 Características do Leite Cru .....                                   | 14 |
| 3.2 Controle Físico-Químico do Leite .....                               | 16 |
| 3.2.1 Temperaturas .....   | 17 |
| 3.2.2 Antibióticos .....   | 17 |
| 3.2.3 Acidez .....   | 18 |
| 3.2.4 Alizarol .....   | 18 |
| 3.2.5 Estabilidade a álcool .....  | 19 |
| 3.2.6 Crioscopia .....   | 19 |
| 3.2.7 Gordura .....  | 20 |
| 3.2.8 Densidade .....  | 20 |
| 3.2.9 Fosfatase e Peroxidase .....                                       | 21 |
| 3.2.10 Redutase .....  | 21 |
| 3.2.11 Detecção Fraudes .....  | 22 |
| 3.2.12 Extrato Seco Total (EST) e Extrato Seco Desengordurado .....      | 22 |
| 3.3 Pasteurização do Leite Cru .....                                     | 23 |
| 4. RELATÓRIO DO ESTÁGIO .....  | 25 |
| 4.1 Plano de estágio .....   | 25 |
| 4.2 Empresa .....  | 25 |
| 4.2 Atividades Desenvolvidas .....                                       | 28 |
| 4.2.1 Recepção de Matéria- Prima .....                                   | 28 |
| 4.2.2 Acompanhamento do Processo de Pasteurização .....                  | 30 |
| 4.2.3 Análises Físico-Químicas da Matéria-Prima da Recepção .....        | 34 |
| 4.2.4 Análises da Matéria-Prima em Estoque .....                         | 50 |
| 4.2.5 Análises dos Produtos Acabados .....                               | 52 |
| 4.2.6 Acompanhamento do Processo de Secagem e Concentração .....         | 53 |
| 4.2.7 Análises Físico-Químicas dos Produtos da secagem .....             | 54 |
| 4.2.8 Análises Físico-Químicas do leite UHT .....                        | 61 |
| 4.2.9 Análises Físico-Químicas da Manteiga .....                         | 63 |
| 4.2.10 Análises de Produtos ao Último Dia de Validade (Shelf-Life) ..... | 66 |
| 4.2.11 Análises da Água Industrial .....                                 | 66 |
| 4.2.12 Limpeza e Aferições dos Equipamentos .....                        | 69 |
| 5. CONSIDERAÇÕES FINAIS .....  | 70 |
| REFERÊNCIAS .....  | 71 |

|                                     |           |
|-------------------------------------|-----------|
| <b>ANEXOS .....</b>                 | <b>75</b> |
| Anexo 1. Termo de Compromisso ..... | 75        |
| Anexo 2. Plano do Estágio .....     | 76        |
| Anexo 3. Ficha de Avaliação .....   | 77        |
| Anexo 4. Ficha de Frequência.....   | 78        |

## **RESUMO**

O leite é a principal matéria-prima para fabricação de uma série de produtos, entretanto, é um produto altamente perecível, sendo assim suas características físico-químicas e microbiológicas devem ser monitoradas frequentemente em uma indústria de beneficiamento, através de rigoroso controle de qualidade. Com o objetivo de acompanhar a rotina industrial e melhorar as habilidades na área de tecnologia de alimentos, com ênfase nas análises físico-químicas, o estágio foi realizado na indústria de beneficiamento de leite denominada Confederação das Cooperativas Centrais Agropecuárias do Paraná, localizada na cidade de Londrina-PR, entre 23/02/2015 e 06/06/2015, com carga horária total de 456 horas. A empresa dedica-se à comercialização e prestação de serviços do leite, atendendo o mercado regional através da produção de diversos tipos de produtos de sua principal matéria-prima, o leite cru. A origem desse leite é da região onde a indústria encontra-se instalada. O mesmo é coletado e transportado até a indústria, onde deve passar por rigoroso controle de qualidade para então ser beneficiado e comercializado. O estágio veio enriquecer o conhecimento teórico adquirido dentro da sala de aula, e assim possibilitou vivenciar o cotidiano de uma empresa, para então através do conhecimento teórico resolver os problemas que são encontrados na prática.

**Palavras-Chave:** Análises físico-químicas, Beneficiamento, Controle de Qualidade, Leite.

## 1. INTRODUÇÃO

O leite é a principal matéria-prima para fabricação de uma série de produtos, como achocolatados, iogurte, bebida láctea, leite fermentado, leite em pó, manteiga, creme de leite, queijo, doce de leite, leite condensado, leite pasteurizado leite pasteurizado e UHT (*Ultra High Temperature*) -integral, semi-desnatado e desnatado, soro de leite, soro de leite em pó, entre outros. Entretanto, o leite é um produto altamente perecível, pois apresenta condições ideais para a multiplicação de micro-organismos que podem alterar características organolépticas para consumo, o que se dá principalmente devido à manipulação inadequada no campo e na indústria (ARCURI et al., 2006).

Essas alterações podem ser verificadas através de parâmetros físico-químicos como pH, densidade, acidez, níveis de gordura e proteína, entre outros. Estas análises refletem ações de toda a cadeia produtiva, desde a produção e coleta na propriedade de sua obtenção, até seu envase e distribuição, e são realizadas com o objetivo de fornecer um alimento seguro ao consumidor.

O controle da qualidade físico-química e microbiológica do leite que chega à plataforma de recepção da usina de beneficiamento ou da indústria é fundamental para garantia da saúde da população e deve constituir-se num procedimento de rotina (TRONCO, 2013). Portanto o leite deve ser monitorado frequentemente em uma indústria de beneficiamento, através de rigoroso controle de qualidade..

O estágio curricular foi escolhido na área de tecnologia de alimentos, e realizado em uma indústria de beneficiamento de leite, a Confederação das Cooperativas Centrais Agropecuárias do Paraná (CONFEPAR), no setor de controle de qualidade, onde foram realizadas análises físico-químicas diárias dos leites (cru e pasteurizado), e alguns de seus derivados: soro de leite, leite em pó, manteiga, creme, iogurte e bebida láctea. Além disso, foram realizadas, como análise físico-química da água industrial, limpeza do local, aferição de equipamentos e digitação de dados no sistema da empresa.

Tais atividades serão descritas neste relatório e serão de grande importância para aplicação prática dos conhecimentos teóricos adquiridos durante toda graduação, resultando em uma melhor preparação para a vida profissional na área de tecnologia de alimentos lácteos.

## 2. OBJETIVOS

Acompanhar diariamente a rotina da CONFEPAR para melhorar as habilidades na área de tecnologia de alimentos, com ênfase nas análises físico-químicas que são desenvolvidas em uma indústria de beneficiamento de leite, podendo assim aplicar os conhecimentos teóricos obtidos na graduação.

### 3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Entende-se por leite, sem outra especificação, o produto oriundo da ordenha completa, ininterrupta, em condições de higiene, de vacas sadias, bem alimentadas e descansadas. O leite de outras espécies deve denominar-se segundo a espécie da qual proceda (BRASIL, 1997).

O leite é considerado o mais nobre dos alimentos, dada a sua composição peculiar em proteínas, gorduras, carboidratos, sais minerais e vitaminas. Ele constitui o alimento essencial dos recém-nascidos, para todas as espécies de mamíferos. O seu consumo está indicado para todas as idades na espécie humana e as restrições ao seu uso são limitadas a casos específicos (OLIVEIRA *et al.*, 1999).

Do ponto de vista nutricional e fisiológico, é indiscutível a necessidade do leite em quantidade e em qualidade adequada, porém sob o prisma econômico, social e sanitário, são ainda muito polêmicas as orientações governamentais e principalmente, as características mercadológicas da cadeia produtiva do leite (OHI *et al.*, 2010).

A qualidade do leite é muito importante para as indústrias e produtores, tendo em vista sua grande influência nos hábitos de consumo e na produção de derivados. Por isso, é necessário conhecer alguns conceitos sobre a qualidade do leite, referentes à composição e condição higiênico-sanitária (VIEIRA *et al.*, 2005).

Segundo Tronco (2013), essa busca crescente pela qualidade do leite e seus derivados tem despertado interesse nas agroindústrias, e conforme Fonseca e Santos (2000), a qualidade de um produto está diretamente relacionada com a qualidade da matéria-prima empregada na sua elaboração. A microbiota inicial influencia grandemente nessa qualidade do leite cru e, consequentemente, dos produtos a partir dele fabricados.

#### 3.1 Características do Leite Cru

Entende-se por leite cru refrigerado, o leite refrigerado e mantido nas temperaturas constantes, transportado em carro-tanque isotérmico da propriedade rural para um posto de refrigeração de leite, ou estabelecimento industrial adequado para ser processado (BRASIL, 2011).

No Brasil, o leite “in natura” apresenta baixa qualidade quando comparado a outros países mais desenvolvidos, sendo que este fator está às estações do ano, práticas de produção e manuseio na fazenda, localização geográfica, temperatura de armazenamento do leite e a distância de transporte entre a fazenda e a plataforma de recepção da indústria. Também contribuem para a presença e o desenvolvimento de micro-organismos contaminantes no leite: a qualidade bacteriológica das águas, do ar dos estabulos, sanidade dos ordenhadores e dos animais e, principalmente, utensílios não perfeitamente higienizados (HUHN *et al.*, 1980).

De acordo com Brasil (2011), o leite cru refrigerado deve seguir os seguintes requisitos físico-químicos: teor de matéria gorda mínimo de 3 g/100 g; acidez titulável entre 15 e 20 g ácido láctico/100 mL; densidade relativa a 15°C entre 1,028 e 1,034 g/mL; extrato seco desengordurado mínimo de 8,4% g/100 g; extrato seco total mínimo de 11,5%; índice crioscópico entre -0,550ºH a -0,530ºH ; proteínas mínimo de 2,9 g/100 g.

Com relação às características sensoriais, o leite deve ter o aspecto líquido opaco, cor branca ou levemente amarelada, odor e sabor característicos (BRASIL, 2006).

Vários são os componentes do leite, sendo o que se apresenta em maior proporção, a água, os demais são formados principalmente por gordura, proteínas e carboidratos, todos sintetizados na glândula mamária. Existem também pequenas quantidades de substâncias minerais, substâncias hidrossolúveis transferidas diretamente do plasma sanguíneo, proteínas específicas do sangue e traços de enzimas (TRONCO 2013).

**Tabela 1. Composição média de um litro de leite de vaca (%)**

|                       |   |                                  |                          |      |
|-----------------------|---|----------------------------------|--------------------------|------|
| Água                  |   |                                  |                          | 87,3 |
| 12 Extrato seco total | Gorduras<br>Extrato seco desengordurado | Proteínas<br>Lactose<br>Minerais | 3,6<br>3,3<br>4,9<br>0,9 | 12,7 |
| Vitaminas             |   |                                  |                          | -    |
| Enzimas               |   |                                  |                          | -    |
| Pigmentos             |   |                                  |                          | -    |
| Gases Dissolvidos     |   |                                  |                          | -    |

Fonte: Adaptado de Tronco (2013)

A água é o componente mais abundante, onde se encontram em solução os demais compostos. Alguns minerais apresentam-se na forma de solução iônica, a lactose e a albumina aparecem como solução verdadeira, a caseína e os fosfatos no estado de dispersão coloidal e a gordura na forma de pequenos glóbulos dispersos, constituindo uma emulsão (TRONCO,2013).

O extrato seco total (EST) engloba todos os componentes do leite, exceto a água. O extrato seco desengordurado (ESD) comprehende todos os elementos do leite, menos água e gordura.

O leite de vaca tem aproximadamente 3,3% de proteínas, dos quais 85% é constituído pela caseína e 15% pelas proteínas do soro. A caseína constitui a principal fração proteica do leite, podendo ser definida como fosfoproteína, onde se encontram sais minerais, cálcio, citratos e magnésio, que têm papel importante na coesão da micela (SGARBIERI, 1996).

### **3.2 Controle Físico-Químico do Leite**

Nas localidades onde existir usina de beneficiamento de leite, não é permitida a venda de leite cru, não podendo a autoridade estadual ou municipal dar concessão para o comércio deste tipo de leite. (BRASIL, 1952). Tronco (2013) destaca que o controle de qualidade físico-química e microbiológica do leite em unidades de beneficiamento ou industrias deve ser um procedimento de rotina, sendo fundamental para assegurar a sua integridade e garantir sua qualidade.

As condições físico-químicas do leite envolvem diversos parâmetros, que devem ser estudados em laboratório para a determinação de sua qualidade, revelando fenômenos deterioradores e processamento inadequado. As maiores preocupações quanto à qualidade físico-química do leite estão associadas ao estado de conservação, à eficiência do seu tratamento térmico e integridade físico-química, principalmente relacionada à adição ou remoção de substâncias químicas próprias ou estranhas à sua composição (TINÔCO et al., 2002).

A qualidade físico-química do leite *in natura* é fundamental para assegurar seu consumo pela população e favorecer seu aproveitamento como matéria prima. Por meio das análises físico-químicas, pode-se observar a composição química do leite, bem como as condições higiênico-sanitárias empregadas durante a ordenha, armazenamento e transporte (TRONCO, 2013).

É proibido produzir ou processar leite em desacordo às exigências higiênico-sanitárias, independentemente da quantidade (BRASIL, 1952).

O elenco de provas físico-químicas a que o leite é submetido na plataforma de recepção da usina de beneficiamento ou da indústria constitui-se na determinação da acidez, densidade, teor de gordura, extrato seco total (EST) e extrato seco desengordurado (ESD), além da determinação do ponto de congelamento e do índice de refratométrico do soro cúprico. (TRONCO, 2013).

### **3.2.1 Temperaturas**

A conservação do leite cru está diretamente ligada ao binômio tempo/temperatura. Os cuidados desde o momento da ordenha até o processamento determinam o grau de contaminação final do produto. Quanto mais alta for a temperatura na qual o leite permanece, menor é seu tempo de conservação (TRONCO, 2003).

Conforme Brasil (2002), no momento do recebimento na indústria beneficiadora, a temperatura do leite cru deve ser igual ou inferior a 7°C. Santos e Fonseca (2003) determinam que temperatura do leite ideal durante o transporte permaneça abaixo dos 5°C, pois resfriamentos marginais (entre 5 e 10°C) promovem uma alteração quantitativa e qualitativa na microbiota do leite.

### **3.2.2 Antibióticos**

A Portaria nº 146 (BRASIL, 1996) determina a ausência de resíduos de antibióticos e de outros agentes inibidores do crescimento microbiano. Os antibióticos são importantes fármacos utilizados em animais destinados à produção de alimentos, com a finalidade terapêutica, profilática ou como promotores de crescimento (CANA BRAVA *et al.*, 2002).

Em um programa básico de controle da mastite, recomenda-se que vacas que apresentem mastite clínica sejam tratadas imediatamente e que todas as vacas sejam tratadas durante o período seco. Nesse caso, com o uso de antibiótico, o leite do animal tratado somente poderá ser destinado à alimentação humana após o prazo mínimo de carência estabelecido pelo fabricante na bula. Esse prazo depende

do tipo de medicamento utilizado e regime de tratamento adotado (FONSECA e SANTOS, 2000).

Os riscos à saúde impostos pela presença de antibióticos nos alimentos podem ser classificados em três categorias: farmacológicos e toxicológicos; microbiológicos (desenvolvimento de resistência de micro-organismos patogênicos); e riscos imunopatológicos como alergias (HARDING, 1993).

Existem diversos métodos de pesquisa de antibióticos: método do cloreto de trifenil tetrazólio (TTC), método do disco de filtro, Delvotest, teste rápido do iogurte, Snap, ADM dentre outros (TRONCO,2013).

### **3.2.3 Acidez**

O teste de acidez é um dos mais comumente utilizados pela indústria leiteira e tem grande valor, uma vez que indica se o leite foi mantido em boas condições de controle do desenvolvimento dos micro-organismos mesofílicos. A presença de acidez está correlacionada com o risco de ocorrência de coagulação do leite durante o processamento, já que o leite com maior acidez titulável possui menor estabilidade ao calor (FONSECA e SANTOS, 2000).

A acidez do leite também pode apresentar-se alterada devido à raça, período de lactação, ocorrência de mastites, aguagem e alimentação (FONSECA e SANTOS, 2000).

A determinação da acidez titulável consiste na titulação de determinado volume de leite por uma solução alcalina de concentração conhecida (hidróxido de sódio 0,111 ou 0,1 mol/L, dependendo do método empregado), utilizando-se como indicador a fenolftaleína (SILVA et al., 1997). Cada 0,1 mL de solução equivale a 1ºD, e cada ºD corresponde a 0,01% de ácido láctico (TRONCO, 2003).

### **3.2.4 Alizarol**

Segundo Tronco (2013), este teste é uma combinação da prova do álcool com a determinação colorimétrica do pH através do indicador alizarina, que permite observar de forma simultânea a floculação da caseína, devido à formação de grumos e à mudança de pH pela viragem da cor.

De acordo com a Instrução Normativa nº 62 (BRASIL 2011), o leite cru refrigerado deve apresentar no mínimo estabilidade ao alizarol 72 °GL.

O resultado positivo no teste do alizarol pode estar relacionado a um desequilíbrio salino do leite, influenciado por diversos fatores como mastite, estágio da lactação, mudança brusca na alimentação, individualidade da vaca, raça, estação do ano ou baixa qualidade da alimentação (BRITO, 2005)

### **3.2.5 Estabilidade a álcool**

A estabilidade do leite frente ao álcool é um teste rápido empregado nas plataformas de recepção da indústria leiteira como indicador de acidez e da estabilidade térmica do leite (COSTA *et al.*, 2004). O requisito da legislação brasileira é que o leite seja estável ao etanol a 72% (v/v) (BRASIL, 2011). Apesar da exigência legal, diversas indústrias utilizam soluções de teor alcoólico acima desta concentração, isto é, 78% ou mesmo 80%. Com a utilização de alto percentual alcoólico, tem aumentado a rejeição de leite pela indústria, com elevados prejuízos para os produtores. A rejeição se baseia na comprovação de que quando o leite coagula pelo etanol, está impróprio para o processamento devido à multiplicação bacteriana e desenvolvimento da acidez (COSTA *et al.*, 2004).

### **3.2.6 Crioscopia**

Na análise qualitativa do leite, o índice crioscópico, tem por finalidade a detecção de fraudes por adição de água. O ponto crioscópico é definido como a temperatura em que o leite passa do estado líquido para o estado sólido (TRONCO, 2013).

De acordo com a Instrução nº 62 (BRASIL, 2011), para que o leite cru refrigerado seja considerado normal o índice crioscópico é de -0,530 °H a -0,550 °H.

Pequenas quantidades de água adicionadas fazem o ponto de congelamento elevar-se, ou seja, aproximar-se do ponto de congelamento da água, que é igual a zero °H. Ponto de congelamento acima de -0,530°H sugere alguma adição de água, enquanto que leite com ponto de congelamento acima de -0,525°H é considerado adulterado. Já a diminuição do ponto de congelamento abaixo de -0,550°H indica

adulteração pela adição de sacarose, soro de queijo, urina, conservantes ou outros solutos (FONSECA e SANTOS, 2000).

### **3.2.7 Gordura**

O conhecimento do teor de gordura é de interesse para o sistema de pagamento de leite. É possível realizar esta análise no laboratório de recepção pelo uso de técnicas rápidas (equipamentos eletrônicos) ou de técnicas tradicionais (Gerber) (TRONCO, 2013).

O princípio do método de Gerber é a destruição do estado globular da gordura e a dissolução da caseína. O álcool isoamílico diminui a tensão na interfase entre a gordura e a mistura ácido-leite, facilitando a separação da gordura. Essa diminuição na interfase facilita a ascensão dos glóbulos de gordura menores durante a centrifugação (TRONCO, 2013). De acordo com a Instrução Normativa nº 62 (BRASIL, 2011), o leite deve apresentar o teor mínimo de 3,0 g/ 100g de gordura para leite cru refrigerado e leite pasteurizado.

### **3.2.8 Densidade**

Densidade é o peso específico do leite, determinado por dois grupos de substâncias: de um lado a concentração de elementos em solução e suspensão, e de outro a porcentagem de gordura. A água apresenta densidade de 1g/mL, a gordura possui a densidade abaixo esse valor, e a densidade dos sólidos não-gordurosos apresentam valores superiores. Dessa forma, determinar a densidade do leite vai depender do balanço desses componentes (FONSECA; SANTOS, 2000). De acordo com Tronco (2013), a densidade de um corpo líquido ou sólido é a relação que existe entre a massa (expressa pelo peso) e o volume deste corpo.

A legislação brasileira define como densidade aceitável para o leite cru refrigerado, os valores compreendidos entre 1,028 a 1,034 g.mL<sup>-1</sup> a uma temperatura de 15°C (BRASIL, 2011). Segundo Tronco (2013), valores fora do intervalo permitido pela legislação podem ser derivados de ações fraudulentas. Densidades maiores são indicativas de desnate prévio do leite, enquanto que densidades menores pode ser indício de adição de água.

### **3.2.9 Fosfatase e Peroxidase**

A fosfatase alcalina é uma enzima naturalmente presente no leite cru e destruída pelo calor produzido no processo de pasteurização (72°C por quinze segundos) ou (63-65°C por 30 minutos) é utilizada como indicador de pasteurização foi realizado adequada (BRASIL, 2011). A presença desta enzima em uma amostra de leite pasteurizado constitui indicativo de que o leite não sofreu tratamento térmico adequado podendo ter ocorrido mistura de leite cru (TRONCO, 2013). De acordo com a Instrução normativa nº 68 o teste é considerado positivo quando há a formação de uma cor amarelada.

A peroxidase também é uma enzima naturalmente presente no leite cru e é destruída quando o mesmo é aquecido a 70 ou 80°C, dependendo do tempo de aquecimento (BEHMER, 1999). Portanto, a enzima deve estar presente nos leites pasteurizados que receberam tratamento térmico adequado: pasteurização lenta (62 a 65°C por 30 minutos) ou pasteurização rápida (72 a 78°C por 15 segundos) (ORDÓNEZ, 2005). Conforme a Instrução normativa nº 68 (BRASIL, 2006), o teste para pesquisa da enzima é considerado positivo quando há a formação de um anel róseo salmão no leite adicionado de solução de guaiacol 1% e água oxigenada ( $H_2O_2$ ) 10 volumes.

**Tabela 2. Resumo dos testes de controle do grau de aquecimento do leite.**

|  | <b>Fosfatase alcalina</b> | <b>Peroxidase</b> |
|--|---------------------------|-------------------|
| Leite cru                                    | Positiva                  | Positiva          |
| Leite pasteurizado                           | Negativa                  | Positiva          |
| Leite esterilizado, superaquecido ou fervido | Negativa                  | Negativa          |

Fonte: Tronco (2013)

### **3.2.10 Redutase**

É um método indireto de estimar a população bacteriana do leite em determinados intervalos de tempo, desde que iniciada a incubação com o corante azul de metileno, alterando sua tonalidade, para o branco. O azul de metileno é um

corante reduzível com possibilidade de reversão: apresenta cor azul quando oxidado e incolor na forma reduzida (TRONCO, 2013).

A velocidade de reação de óxido redução depende do número de bactérias presentes e sua taxa de consumo de oxigênio. Pode-se estabelecer alguns critérios para classificação do leite (TRONCO, 2013):

- Leite de muito boa qualidade: a descoloração ocorre após cinco horas;
- Leite bom: a descoloração ocorre após três horas;
- Leite ligeiramente contaminado: a descoloração ocorre entre uma e três horas;
- Leite bastante contaminado: a descoloração ocorre entre uma e duas horas;
- Leite de péssima qualidade: a descoloração ocorre em menos de uma hora

O tempo de redutase mínimo para recebimento do leite cru é de 90 minutos (FONSECA e SANTOS, 2000).

### **3.2.11 Detecção de Fraudes**

Fraudes são substâncias adicionadas intencionalmente ao leite para tentar disfarçar sua má qualidade, ou aumentar o volume do produto. O uso de compostos não permitidos pode causar perdas para os produtores e para as indústrias. Os compostos mais utilizados são conservantes (peróxido de hidrogênio, formol, hipoclorito de sódio, água sanitária, entre outros); substâncias que eliminam os micro-organismos iniciais do leite conservando o produto por mais tempo; reconstituintes da densidade e criosкопia (sal, ureia, açúcares, amido); neutralizantes: hidróxido de sódio, bicarbonato de sódio, cal virgem, carbonato de potássio, entre outros, diminuem a acidez do leite e inibem o crescimento de micro-organismos e da fermentação (TRONCO, 2013).

### **3.2.12 Extrato Seco Total (EST) e Extrato Seco Desengordurado**

O método mais empregado para a determinação do extrato seco total do leite é o processo indireto, baseado na relação entre o peso específico (densidade) e a

percentagem de matéria gorda sendo, portanto, necessário definir previamente a densidade e a percentagem de gordura do produto (FOSCHIERA, 2004).

Denomina-se matéria seca total ou extrato seco total (EST) a todos os componentes do leite menos a água. Existem várias formas para determinar o EST: a gravimétrica, o método de Ackermann, ou uso de formulas e tabelas. (TRONCO, 2013). A matéria seca desengordurada ou extrato seco desengordurado (ESD) corresponde aos componentes do leite, menos a água e a gordura (TRONCO, 2013).

O extrato seco total diminuído da quantidade de gordura é chamado extrato seco desengordurado (FOSCHIERA, 2004). De acordo com a Instrução Normativa nº 62 (BRASIL 2011), o leite cru refrigerado deve apresentar  $\geq 11,5\%$  de extrato seco total e  $\geq 8,4\%$  g/100 g extrato seco desengordurado mínimo.

### **3.3 Pasteurização do Leite Cru**

Beneficiamento do leite é o seu tratamento a partir de sua seleção na recepção do estabelecimento até o seu acondicionamento final ou sua destinação à produção de derivados lácteos, e abrange as operações de filtração, pasteurização, refrigeração, acondicionamento e outras práticas tecnicamente aceitáveis (BRASIL,1952).

Entende-se por pasteurização o emprego conveniente do calor, com o fim de destruir totalmente a microbiota patogênica, sem alteração sensível da constituição física e do equilíbrio do leite, sem prejuízo dos seus elementos bioquímicos, assim como de suas propriedades organolépticas normais (BRASIL,1952).

O objetivo principal da pasteurização é, portanto, a destruição total dos micro-organismos patogênicos do leite, bem como da maior parte da microbiota saprófita, o que é importante para preservar a qualidade do produto durante o seu armazenamento, permitindo-lhe uma vida útil mais duradoura (TRONCO, 2013).

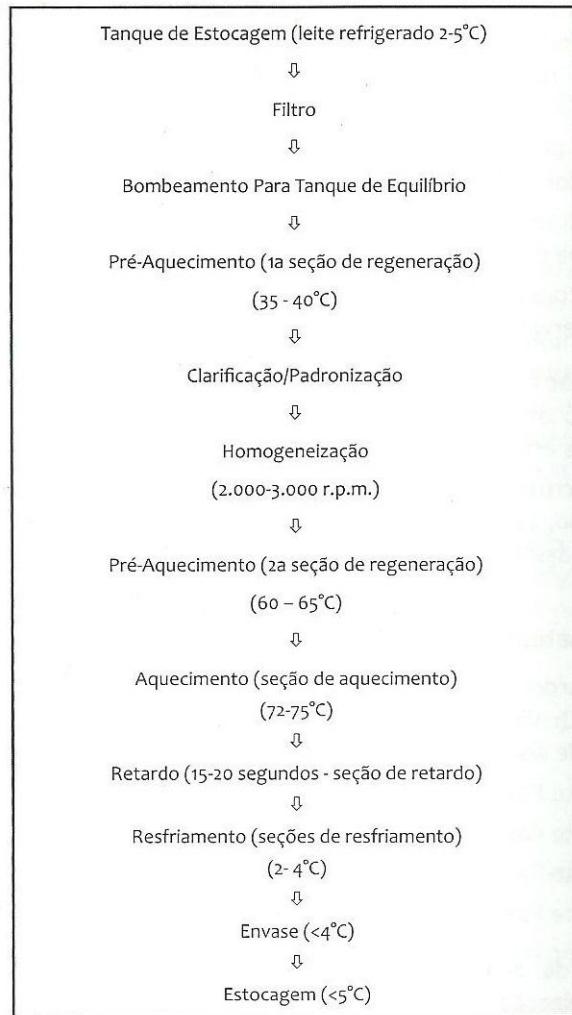


Figura 1: Fluxograma de produção do leite pasteurizado.  
Fonte: Ohi *et al* (2010).

O leite cru refrigerado, armazenado nos tanques de estocagem do laticínio, é conduzido através de bombas sanitárias e passa por um filtro, seguindo para o tanque de equilíbrio, com sistema de controle de fluxo de leite (OHI *et al.*, 2010). Na 1ª seção de regeneração o leite é aquecido a 35-40°C (OHI *et al.*, 2010). De acordo com Tronco (2013), o leite é injetado no trocador de placas, onde permuta calor com o leite já pasteurizado, onde sua temperatura é elevada.

Após o aquecimento, o leite sai do pasteurizador para a centrifuga. A centrifuga utilizada na produção do leite pasteurizado padronizado é chamada de padronizadora (OHI *et al.*, 2010). Segundo Tronco (2013), nessa centrifuga ocorre a separação do leite e do creme, além de impurezas, e o teor de gordura é regulado para o valor desejado.

Após o desnate, segue-se o processo de homogeneização (TRONCO,2013). Segundo Ohi *et al.* (2010), esse processo consiste em forçar a passagem do leite

sob pressão por pequenos orifícios, fazendo com que ocorra o rompimento dos glóbulos de gordura, evitando a separação do creme do leite durante a estocagem.

Após a centrifugação e homogeneização, o leite retorna para a primeira seção do pasteurizador onde é aquecido a 60-65°C. Vai à segunda seção onde finalmente será aquecido com água quente a 72-78°C (OHI *et al.*, 2010). Nesta temperatura o leite entra no retardador, onde tem sua velocidade reduzida, e permanece por 15 segundos, com objetivo de garantir a destruição dos micro-organismos patogênicos (TRONCO,2013).

Por último, o leite pasteurizado entra no setor de resfriamento, onde trocará calor inicialmente com a água industrial, ficando com uma temperatura em torno de 10°C, para finalmente trocar calor com a água gelada (0°C), saindo do equipamento a 4°C. A partir do pasteurizador, o leite pode seguir dois caminhos: envase imediato ou conservação em silos isotérmicos (TRONCO,2013).

Após a pasteurização, o leite deverá ser imediatamente resfriado a uma temperatura igual ou inferior a 4°C, envasado no menor tempo possível e em condições capazes de impedir contaminações (BRASIL, 1952).

## 4. RELATÓRIO DO ESTÁGIO

### 4.1 Plano de estágio

A Comissão Orientadora de Estágios aprovou o Plano de Estágio, com as seguintes atividades programadas: realizar o arquivamento do registro de controle de qualidade; realizar processos de inspeção de entrada de embalagens e insumos, e auxiliar em análises específicas dos produtos.

### 4.2 Empresa

A fundação da empresa se deu quando um produtor leiteiro, buscando integração, uniu cooperativas de atividades diversas, criando uma confederação para a produção de leite em pó, em 1982, a Confederação das Cooperativas Centrais Agropecuárias do Paraná Ltda (CONFEPAR). A mesma teve o objetivo de abastecer o mercado regional, industrializar os excedentes, e garantir estabilidade financeira ao produtor em períodos de safra e ante safra.

Durante o período de 1982 a 1995, a CONFEPAR industrializou e comercializou o excedente de matéria prima de suas filiadas, na forma de leite em pó. A partir de 1995 até 1998, passou a atuar como prestadora de serviços para suas afiliadas, recebendo e industrializando a matéria prima, e repassando os gastos e produtos acabados para cada uma delas.

Foi somente a partir de maio de 2000 que a CONFEPAR passou a realizar todo o processo industrial, produzindo todos os produtos industrializados em sua sede principal. E em 2007 a empresa mudou sua razão social, e passou a ser denominada Confepar Agro-Industrial Cooperativa Central.

A empresa é atualmente administrada por um conselho, denominado “Conselho de administração”, onde são eleitos representantes para o cargo de Diretor Presidente e Diretor Vice-presidente. Os eleitos permanecem por um mandato de 4 anos e são fiscalizados anualmente pelo “Conselho Fiscal”. Os representantes atuais são: Renato José Beleze (Diretor Presidente) e Sebastião Jamil Beleboni (Vice-Presidente).

A Confepar é representada através de sua matriz, na cidade de Londrina, e sete filiais, que auxiliam na produção e beneficiamento do leite e subprodutos, sendo elas:

- Filial de Maringá-PR, localizada na Rua Pioneiro José dos Santos, 213;
- Filial de São Lourenço do Oeste-SC, localizada na Rua Cel. Bertaso,104;
- Filial de Batayporá-MS, localizada na Avenida Brasil,2310;
- Filial de Pato Branco-PR, localizada na Rod. PR 469, S/N, KM 04;
- Filial de São Martinho-RS, localizada na Rod. RS 210. KM 67,5, Rua 1205;
- Filial de Rio Bonito do Iguaçu-PR, localizada na Rod. BR 158, S/N, KM 16;
- Filial de Cascavel-PR, localizada na Rod. BR 277, S/N, KM 582.



Figura 2. Fachada da matriz da Confepar em Londrina-PR. Fonte: Arquivo pessoal.

A estrutura da empresa matriz é composta por:

- Sede administrativa;
- Sede do setor de Recursos Humanos, Serviço de Inspeção Federal e Segurança do trabalho;
- Sede de logística;
- Restaurante terceirizado interno;
- Lavanderia;
- Indústria;
- Sede da caldeira;
- Área de descanso;
- Clube para festas, com quadra de futebol e churrasqueiras.

A Confepar produz diversos tipos de produtos, que são representados pelas marcas Polly e Cativa. Os produtos comercializados atualmente são: leite UHT, leite em pó, leite pasteurizado, soro de leite em pó, creme de leite, achocolatado, manteiga, bebida láctea, iogurte, doce de leite e queijo. Tais produtos são comercializados em maior escala no estado do Paraná e região sul do país, porém a empresa também realiza a exportação de leite em pó para países da Europa e Ásia.

A unidade matriz, onde se realizou o estágio descrito, fabricava leite UHT integral, semidesnatado e desnatado, o leite pasteurizado, leite pasteurizado para o Programa Leite das crianças, leite em pó integral e desnatado, soro de leite em pó, leitelho em pó, leite concentrado, iogurte, creme de leite, manteiga e bebida láctea.

O programa “Leite das Crianças” consiste na distribuição gratuita e diária, pelo poder executivo, através de seus órgãos competentes, de um litro de leite tipo pasteurizado integral ou padronizado (3,0% de gordura) enriquecido com ferro quelado e vitaminas “A” e “D”, às crianças de 06 a 36 meses de idade, mães gestantes e nutrizes, no âmbito do Estado do Paraná (PARANÁ, 2010).

A Matriz tem estrutura para suportar, diariamente, o beneficiamento de 700.000 litros de leite era feito a produção ocorre em três turnos, onde era realizada a troca de funcionários para cada turno. O estágio foi executado durante o turno A, de segunda a sexta feira, das 8:00 às 14:00 horas, e o setor destinado foi o de controle de qualidade, no laboratório de análises físico-químicas.

## 4.2 Atividades Desenvolvidas

### 4.2.1 Recepção de Matéria- Prima

Todo leite era transportado das fazendas até a Confepar por meio de caminhões tanques refrigerados a granel. Esses caminhões faziam a captação do leite refrigerado, no tanque refrigerado das propriedades, e o armazenava nos tanques isotérmicos desses caminhões, que na maioria das vezes possuíam três tanques. O leite ficava armazenado nos tanques a uma temperatura de no máximo 10°C e era transportado até a Confepar.

Ainda na propriedade, o motorista desses caminhões era responsável por realizar o teste de alizarol, em concentração de 80°GL, o qual determinaria a captação do leite dessa propriedade.

Eram amostras individuais de cada produtor, que eram devidamente acondicionadas (sob refrigeração), para complementação dos exames no estabelecimento de industrialização. A coleta dessa amostra deve ser feita por pessoal treinado e capacitado para esse fim, e em condições apropriadas aos exames físico-químicos e microbiológicos (BRASIL, 2011).

O motorista retirava diariamente uma amostra, em frascos, do leite estocado na propriedade para realização de análises. Os frascos de coletas eram etiquetados e preenchidos com número da placa do caminhão, código do produtor e tanque em que o leite ficará armazenado. O leite armazenado nesses recipientes permanecia em compartimento refrigerado na cabine do caminhão. Assim que o motorista

chegava à indústria para fazer a descarga do leite nos tanques, ele entregava as amostras ao responsável do setor de recepção, que as encaminhava ao laboratório de análises físico-químicas, para que caso fosse detectada alguma não conformidade no leite coletado dos tanques, o mesmo fosse rastreado.

Além dessas amostras retiradas diariamente, eram realizadas amostragens de leite dos produtores para análise quinzenal pelo sistema de rastreamento de qualidade do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA). Para tal, o motorista coletava, além da amostra diária, duas amostras, uma em um frasco de tampa vermelha, destinado à pesquisa de células somáticas e outra em frasco de tampa azul, destinado à contagem bacteriana total. Essas amostras eram etiquetadas e enviadas à Associação Paranaense de Criadores de Bovinos da Raça Holandesa (APCBRH), em Curitiba. Era através do laudo determinado pelo laboratório da APCBRH, que a indústria determinava o pagamento do produtor, com base na qualidade do leite que está sendo entregue. O produtor recebia bonificação com base na porcentagem de gordura, proteína e baixa contagem de células somáticas (CCS) e contagem bacteriana total (CBT).

Assim que os caminhões tanque chegavam à indústria eles eram pesados na portaria e recebiam um tíquete com informações de tipo de produto, data, placa do caminhão, cidade de origem, horário de chegada, litros de leite e número de destino. Após isso eles seguiam até o local para lavagem e higienização externa do caminhão, para remoção das sujidades decorrentes do seu deslocamento. Em seguida seguiam até a plataforma de recepção de leite. O motorista entregava as amostras coletadas nas propriedades e o tíquete da portaria a um dos funcionários do setor de recepção, que em seguida encaminhava ambos até o laboratório de análises físico-químicas. O analista então se preparava para subir no caminhão, e pegava a quantidade de canecas de alumínio necessárias para coletar as amostras, de acordo com a quantidade de tanques que o caminhão possuía.

No setor de recepção o analista retirava, de um compartimento esterilizado, uma concha coletora de alumínio de cabo longo e seguia até o caminhão, aonde se prendia ao caminhão ou em ganchos de segurança, para em seguida ir até cada um dos tanques desse caminhão retirar uma amostra. Primeiramente, o analista, com auxílio da concha coletora, agitava e misturava o leite desse tanque, e logo após coletava uma amostra na caneca, que está numerada, e verificava a temperatura. Após retirar todas as amostras, o analista voltava rapidamente ao laboratório e

realizava as análises físico-químicas necessárias e as anotava nos campos em brancos desse boletim, que depois de finalizado era digitado e lançado no sistema. Caso o leite não apresentasse alguma inconformidade e estivesse nos padrões estabelecidos na Instrução Normativa nº 62/2011, o mesmo era liberado e era encaminhado para um dos silos da indústria.

#### **4.2.2 Acompanhamento do Processo de Pasteurização**

O processamento do leite requer a execução de diversas operações e tratamentos a qual esse leite deve ser submetido.

A Figura a seguir apresenta o fluxograma com as etapas de produção, desde a recepção da matéria-prima até a obtenção do produto final para comercialização, de leite Prepac (pasteurizado) e leite UHT (pasteurizados e esterilizados).



Figura 3. Fluxograma do processo de pasteurização.  
Fonte: Elaborado pela autora.

Como descrito anteriormente, na plataforma de recepção era onde o leite chegava dentro dos caminhões com tanques termoestáveis, em seguida o leite era pesado e passava pelas análises físico-químicas. O leite aprovado pelo controle de qualidade era liberado e direcionado para dentro da indústria, onde primeiramente passava por uma filtragem. A filtragem era realizada através de placas que filtravam e resfriavam o leite antes deste ser encaminhado ao silo de recepção. Nesse filtro ficaravam retidas as impurezas que podiam estar presentes nesse leite. Após a

filtração o leite era encaminhado ao silo de recepção, destinados a leites da recepção (leite cru), onde era aguardado atingir o volume adequado para seguir para as demais etapas do processo.

O leite cru pode ficar no tanque de estocagem do laticínio por um período de no máximo, 24 horas, sendo que durante esse tempo a temperatura não poderá ultrapassar 10°C (OHI et al.,2010).

A Confepar tinha capacidade para processar até 38 mil litros de leite por hora na pasteurização. No início do processo o leite era inicialmente bombeado e armazenado no tanque de equilíbrio, que fazia o controle do fluxo de leite. Em seguida o leite era pré-aquecido por placas a 40-45°C. Este pré-aquecimento visava diminuir a viscosidade do leite para facilitar a centrifugação.

A padronização era realizada com auxílio de vários equipamentos. Inicialmente o leite passava na degerminadora para haver redução da carga microbiana. Após isso ele seguia para centrífuga padronizadora, a qual clarificava o leite e retira as impurezas. A padronizadora além de clarificar o leite, padronizava-o com o teor de gordura necessário. Esta máquina separava o creme da mistura e acrescenta apenas os níveis, de 3,00% a 3,05%, de acordo com a legislação. O restante do creme separado seguia via tubulação e era mantido dentro de um tanque maturador de creme.

Após a padronização o processamento do leite mudava conforme o tipo de leite a ser comercializado, ou seja, Prepac ou UHT. A etapa da homogeneização no leite Prepac era realizada logo após a padronização, já no UHT era realizada só depois da ultrapasteurização (esterilização). A homogeneização consistia em forçar a passagem do leite por pequenos orifícios, que farão o rompimento dos glóbulos de gordura evitando a floculação. Essa etapa não era obrigatória pela legislação, mas era importante devido ás suas vantagens, como por exemplo, evitar a formação de nata e melhorar a palatabilidade.

A pasteurização consistia no tratamento térmico do leite à temperatura de 75°C durante 15 segundos através de placas presentes no pasteurizador. O tratamento térmico do leite tem como objetivo a destruição de bactérias patogênicas, a quase a totalidade das bactérias saprófitas e a inativação das enzimas do leite. (OHI et al.,2010).

Após a pasteurização o leite passava pelo processo de resfriamento por placas resfriadas com água gelada, onde atingia uma temperatura de 4°C. Em

seguida, esse leite era mandado, por tubulação, até o silo de armazenamento. No caso do leite Prepac, seguia para o envase após uma análise físico-química de controle. Já o leite UHT era armazenado, passava pela análise físico-química de controle e seguia para a segunda etapa de pasteurização.

No setor de UHT existia duas plantas de processo. Uma tinha capacidade de 18 mil litros de leite por hora e atendia as máquinas de envase A, B e C. Já a outra planta tinha capacidade para 12 mil litros de leite por hora e atendia a máquina D.

Assim que o leite chegava ao setor do UHT, pela tubulação, ele ficava armazenado em um tanque de 5 mil litros, que controlava o fluxo de leite na linha. Logo após, o leite passava por um novo processo de pré-aquecimento, assim como era feito anteriormente, porém a uma temperatura de 75°C. Em seguida o leite ia para uma câmara a vácuo, onde era controlado o fluxo em até 60% de leite. Nessa câmara era possível controlar a crioscopia através do vapor e temperatura. Quanto menor a quantidade de vapor injetado e maior a temperatura, menor poderia ser o valor da crioscopia, ou vice e versa. Essas alterações eram feitas em pequenas escalas, ou seja, não podia haver mudanças bruscas de crioscopia.

Após passar pela câmara a vácuo o leite seguia finalmente para a esterilização, ou como era mais conhecida, a ultrapasteurização. A ultrapasteurização era feita do mesmo modo que a pasteurização e tem a mesma finalidade, porém era realizada em temperatura de 140°C e por apenas 4 segundos. Em seguida, o leite passava pelo homogenizador para ser feita a quebra dos glóbulos de gordura, e então ser resfriado nas placas com água gelada a uma temperatura de 15 a 20°C. Após isso, o leite seguia para uma espécie de tanque, chamado Alself, que servia como acumulador de leite.

Depois de passado por todo processo da ultrapasteurização o leite seguia para as máquinas embaladoras para ser feito o envase. Na Confepar existiam quatro embaladoras, duas no modelo *Card* (A e B) e duas no modelo *Speed* (C e D). O modelo *Card* processava 6 mil litros de leite por hora. Já o modelo *Speed* processava 12 mil litros de leite por hora. Ambas as máquinas eram da Teta Pak® e a própria máquina, além de embalar, efetuava também a esterilização das caixas de papelão, através da adição de peróxido de hidrogênio.

#### 4.2.3 Análises Físico-Químicas da Matéria-Prima da Recepção

As análises das matérias-primas que chegavam à plataforma de recepção da Confepar eram todas realizadas no laboratório central, onde foi realizado a maior parte das atividades do estágio.

Ao chegar à indústria, o leite deverá passar por controles para que eventuais alterações em sua qualidade possam ser constatadas (OHI et al., 2010).

Após a realização da coleta, o analista do laboratório realizava as análises coerentes e exigidas para determinada matéria-prima. A análise era realizada o mais rápido possível, para que o caminhão fosse tão logo descarregado e liberado. Porém se a análise não era confiável, era necessário a realização de reanálises.

Na tabela 3 estão representadas as matérias-primas que eram recebidas na plataforma de recepção, e as análises realizadas para liberação do produto para o interior da indústria. As matérias-primas analisadas na recepção constituíam-se basicamente de leite, soro fluído e soro pré-concentrado (retirado 30% de água).

**Tabela 3.** Análises físico-químicas realizadas após a captação da matéria-prima na plataforma de recepção. CONFEPAR (Londrina-PR).

| Análise                  | Leite | Soro Fluído | Soro Pré-concentrado |
|--------------------------|-------|-------------|----------------------|
| Temperatura              | X     | X           | X                    |
| Acidez                   | X     | X           | X                    |
| Estabilidade do álcool   | X     |             |                      |
| Alizarol                 | X     | X           | X                    |
| pH                       | X     | X           | X                    |
| Redutase                 | X     |             |                      |
| Crioscopia               | X     | X           |                      |
| Densidade                | X     | X           | X                    |
| Gordura                  | X     | X           | X                    |
| Proteína                 | X     |             |                      |
| Antibiótico              | X     | X           | X                    |
| Fosfatase                | X     |             |                      |
| Peroxidase               | X     |             |                      |
| Teste de Conservantes    | X     | X           | X                    |
| Teste de Inibidores      | X     | X           | X                    |
| Teste de Reconstituintes | X     | X           | X                    |
| Brix                     |       |             | X                    |
| Fervura                  |       | X           | X                    |
| EST                      | X     | X           | X                    |
| ESD                      | X     | X           | X                    |

**Tabela 4. Características físico-químicas do leite cru conforme Instrução Normativa nº 62/2011.**

| <b>Análise</b>                              | <b>Limites</b> |
|---|----------------|
| Acidez em ácido láctico ( $^{\circ}$ D)     | 14 a 18        |
| Estabilidade ao Alizarol 72 % (v/v)         | Estável        |
| ESD (g/100g)                                | Mínimo 8,4     |
| Redutase (minutos)                          | >90            |
| Índice Crioscópico ( $^{\circ}$ H)          | 0,530 a 0,550  |
| Densidade relativa a 15 $^{\circ}$ C (g/mL) | 1028 a 1034    |
| Gordura (g/100g)                            | Mínimo 3,0     |
| Proteína (g/100g)                           | Mínimo 2,9     |
| Antibiótico                                 | Negativo       |

Fonte: Adaptado de BRASIL (2011).

#### **4.2.3.1 Temperatura**

Conforme foi brevemente citado (item 4.2.1), o analista realizava a verificação da temperatura, com auxílio de um termômetro de contato digital, enquanto realizava a coleta do material no caminhão tanque.

Era introduzido o termômetro dentro do recipiente com o produto, de forma a submergir todo bulbo do termômetro, aguardando-se a estabilização, e então era realizada a leitura. A temperatura não podia ultrapassar de 10°C para leite e 5°C para soros, pois isso representava uma não conformidade e o produto podia estar deteriorado.

#### **4.2.3.2 Acidez**

A titulação da acidez é de amplo uso na inspeção industrial e sanitária do leite e derivados, bem como em de laticínios, permitindo avaliar o estado de conservação e eventuais anormalidades do produto (TRONCO, 2003).

A acidez quantifica todos os compostos de caráter ácido presentes no produto. Tem seu princípio baseado na reação da neutralização, onde a solução de NaOH (hidróxido de sódio) em concentração de 0,111 mol/L, conhecida como solução de Dornic, irá reagir com os compostos ácidos presentes na amostra. O ponto de viragem era verificado através do indicador de fenolftaleína, onde se obtinha uma coloração levemente rósea. Conforme o padrão que determinado pela empresa, com base na Instrução Normativa 62 e na Portaria nº 53, o resultado podia

ser expresso em graus Dornic ( $^{\circ}$ D) e devia estar entre 14 a 18 $^{\circ}$ D para o leite, 9 a 12 $^{\circ}$ D para soro fluído e entre 26 a 40 $^{\circ}$ D para soro pré-concentrado.

Resultados para leites que sejam inferiores a 14 $^{\circ}$ D indicavam alcalinidade do produto, que podia ser devido a diversas possibilidades, incluindo-se aqui adição de água, ocorrência de mastites, ou ainda adição de neutralizantes de acidez, como a soda cáustica ou bicarbonato de sódio, devendo ser confirmada com análise de detecção de redutores de acidez.

A técnica era realizada através da coleta de 10 mL de leite, com pipeta graduada, em um tubo de ensaio e adição de 3 a 5 gotas de fenolftaleína a 1%. Em seguida era realizada a titulação com auxílio do acidímetro, contendo a solução de Dornic, até ponto de viragem. Cada 0,1 mL da solução de Dornic equivale a 1 grau Dornic ( $^{\circ}$ D) (BRASIL, 2011).



Figura 4. Ponto de viragem da acidez de Dornic.

Fonte: Arquivo pessoal.

Tubo 1 com amostra de soro e Tubo 2 com amostra de leite.

#### 4.2.3.3 Estabilidade ao álcool

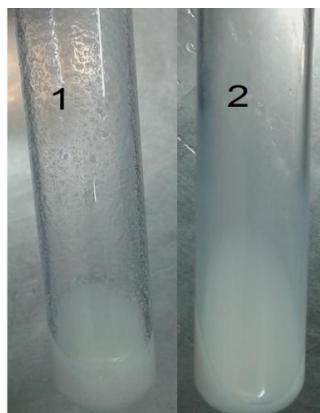
O método de verificação da estabilidade ao álcool era feito apenas para o leite, e era testado em diferentes concentrações de álcool etílico (84 $^{\circ}$ GL, 80 $^{\circ}$ GL, 78 $^{\circ}$ GL, 76 $^{\circ}$ GL, 74 $^{\circ}$ GL, 72 $^{\circ}$ GL).

Leites com valores entre 76 a 84 $^{\circ}$ GL eram normalmente destinados a envase de leite prepac (“barriga mole”), pois sofriam apenas pasteurização. Já leites com estabilidade mais baixa, de 72 e 74 $^{\circ}$ GL, eram destinados à ultra pasteurização (UHT) ou secagem.

O teste era realizado através da adição de 2 mL de leite em um tubo de ensaio, adicionados de 2 mL de álcool na graduação desejada. Em seguida era

realizada agitação para homogeneização da mistura. O álcool era pipetado pelo volume armazenado no bico de papaio (*Kipper*) de 2 ml, já o leite era pipetado com auxílio de uma pipeta graduada.

O resultado era obtido através da avaliação da presença de grumos na parede do tubo. Caso houvesse grumos o leite não passava na concentração e usava uma concentração menor, até obter ausência de grumos.



**Figura 5. Estabilidade ao álcool.**

**Fonte:** Arquivo pessoal.

**Tubo 1** com presença de grumos e **Tubo 2** sem presença de grumos.

#### 4.2.3.4 Alizarol

Segundo a Instrução Normativa 68, o teste baseia-se na ocorrência da elevada acidez ou do desequilíbrio salino, quando se promove desestabilização das micelas pelo álcool. O alizarol atua como indicador de pH, auxiliando a diferenciação entre o desequilíbrio salino e a acidez excessiva (BRASIL, 2006).

A análise consistia em misturar partes iguais de leite e solução alizarina a 0,1%, com objetivo de estimar o pH da amostra. Na rotina do laboratório da Confepar eram adicionados 2 mL de amostra em tubo de ensaio, com auxílio de pipeta graduada, adicionados 2 mL de alizarol 72°GL, com auxílio de bico de papagaio, e em seguida era realizada agitação e leitura.

Para soros, o resultado negativo, desejável, se dava pela permanência da cor, ou seja, a mistura (soro+alizarol) devesse manter a cor do alizarol. Conforme a Instrução Normativa 62, para resultado positivo, a coloração ficava amarela indicando que o soro está ácido. Para leites a leitura era mais complexa e os resultados estão representados na Tabela 5.

Tabela 5. Interpretação de resultados pelo teste de alizarol.

| <b>Coloração</b>      | <b>Coagulação</b> | <b>Acidez</b> | <b>Interpretação</b>                             |
|-----------------------|-------------------|---------------|--|
| Róseo-Salmão / Tijolo | Não               | 14° a 20°D    | Normal e com estabilidade a temperatura elevada  |
| Róseo-Salmão/ Tijolo  | Sim               | 19° a 21°D    | Desequilíbrio salino e baixa resistência térmica |
| Amarela               | Não               | >22°D         | Ácido e sem resistência térmica                  |
| Amarela               | Sim               | >de 22°D      | Muito ácido e sem resistência térmica            |
| Violeta               | Não               | <14°D         | Presença de alcalino e/ou fraudado com água      |
| Violeta               | Sim               | <14°D         | Presença de alcalino e/ou mastite                |

#### 4.2.3.5 pH

A prova do pH permite a avaliação do potencial hidrogeniônico no meio. Era realizada a leitura de pH para leite e soros. O valor do pH do leite estima o seu estado de frescor, que conforme o tempo passa tende a se tornar mais ácido. A acidificação depende ainda do comportamento de seus componentes em presença de água.

O leite com pH entre de 6,60 a 6,80 está em condições de resistir aos processos de industrialização, mantendo a faixa de pH necessária para assegurar a qualidade do produto pelo período determinado de vida de prateleira (Castro, 2009).

No laboratório da Confepar, a leitura do pH era realizada com auxílio do pHmetro digital. Retirava-se o eletrodo do pHmetro de dentro de sua solução de descanso (KCl 3M®) e realizava-se a lavagem com água destilada. Em seguida o eletrodo era secado com auxílio de papel, e após limpo era mergulhado na amostra. Aguardava-se então a estabilização do pHmetro e realizava-se a leitura.

Os resultados estabelecidos pela empresa têm como base a Instrução Normativa 62 e a Portaria nº 53, deviam estar entre 6,60 a 6,80 para leite, 6,40 a 6,60 para soro fluído, e entre 6,00 a 6,60 para soro pré-concentrado.

#### 4.2.3.6 Redutase

É um teste feito apenas para amostras de leite, onde é coletada uma amostra para cada tanque do caminhão.

Conforme Tronco (2003), o fundamento desse teste baseia-se na ação das bactérias presentes no leite, que ao se multiplicarem, utilizam elementos

nutricionais, bem como o oxigênio livre ou fracamente combinado do leite, modificando as condições do produto, que passam de levemente oxidantes para levemente redutoras.

É um método usado para estimar a população bacteriana do leite em intervalos de tempo, desde que iniciada a incubação com o corante azul, até a troca de tonalidade para o branco.

A técnica era baseada na adição de 10 mL de leite em tubo de ensaio esterilizado, mais 1 mL de azul de metíleno a 0,051 g/mL. Era feita agitação, para total mistura dos componentes, e colocado em banho-maria a  $37 \pm 1^\circ\text{C}$ .

A leitura era feita com base na anotação do horário inicial, em que esse tubo foi colocado no banho, e horário final, em que o tubo saiu do banho através da viragem para coloração branca. Realiza-se então o cálculo da diferença de tempo total para ocorrência da viragem. O resultado devia ser de no mínimo 90 minutos.

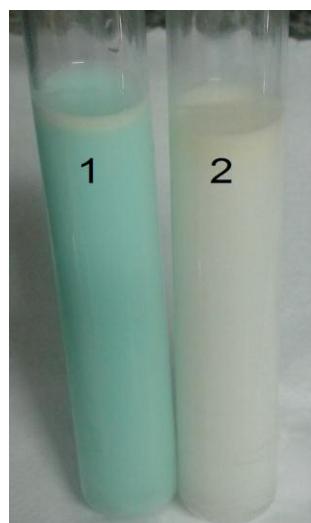


Figura 6. Prova da Redutase.

Fonte: Arquivo pessoal.

Tubo 1: azul de metíleno e Tubo 2: ponto de viragem com redução do azul de metíleno.

#### 4.2.3.7 Crioscopia

Segundo Tronco (2003) o índice crioscópico é definido como a temperatura em que o leite passa do estado líquido para o ponto de estado sólido, ou seja, o ponto de congelamento do leite.

O fundamento da crioscopia é determinar, com exatidão, se houve ou não fraude por adição de água ou sólidos, através do ponto de congelamento do leite e

do soro fluído, que se situa normalmente entre -0,530°H e -0,550°H, conforme a Instrução Normativa nº62 (BRASIL 2011).

A técnica constituía-se em pipetar 2,5 mL de amostra em um tubo de ensaio, próprio para crioscopia, aquecer levemente por cerca de 3 segundos em banho-maria e colocar o tubo com a amostra no aparelho para realização da leitura.

#### **4.2.3.8 Densidade**

A densidade, o teor de proteína e o teor de gordura podem ser analisados por testes individuais. Porém, nas análises feitas nos leites provenientes da recepção, eram realizadas com auxílio de um equipamento chamado Ekomilk (Total- Cap-Lab®), a fim de otimizar o tempo gasto. Esse aparelho determinavam os valores de forma muito mais rápida e também eficaz e havia dois equipamentos no local.

Além da determinação da densidade pelo Ekomilk, era realizada a leitura da densidade com base no termolactodensímetro a 15°C, para leite e soro fluído, e no aerômetro Baumé, para soro pré-concentrado (Figura 6).

A leitura no termolactodensímetro era realizada conforme valor da densidade observado no equipamento e temperatura do leite, onde somava-se o grau de erro da temperatura, e desconsiderava-se o fator de correção do termolactodensímetro. Já no aerômetro, a leitura era feita com base no grau onde o nível do soro estabilizou.

Para o soro pré-concentrado devia-se utilizar a seguinte formula:

$$D = \frac{145}{145 - B}$$

Onde:

- “D” é o valor da densidade.
- “B” é o valor da leitura do aerômetro de Baumé.

Segundo Brasil (2011), os resultados para densidade do leite devem estar entre 1,028 a 1,034 g/L. Para soros, a Confepar usava o limite de resultado entre 1,024 a 1,040 g/L



Figura 7. Densímetro (1) e aerômetro de Baumê (2).  
Fonte: Arquivo pessoal.

#### 4.2.3.9 Gordura

Conforme citado anteriormente, o teste para verificação da quantidade de gordura podia ser realizado com auxílio do equipamento Ekomilk ou de forma individual, utilizando-se o butirômetro de Gerber.

A avaliação do teor de gordura no leite permite seu controle de qualidade, bem como sua classificação para a utilização do mesmo na produção de manteiga e creme. O método de Gerber é o método considerado padrão (ANDRADE, 2006).

Existem diversos tipos de butirômetros, e cada um era usado conforme o tipo de produto (Figura 8). O butirômetro usado para soros e leites é o de 5%.



**Figura 8. Tipos de butirômetros.**

Fonte: Arquivo pessoal.

- A) Butirômetro utilizado para leitura da gordura em leite, soro e leitelho.
- B) Butirômetro utilizado para leitura da gordura em creme.
- C) Butirômetro utilizado para leitura da gordura em leite em pó.
- D) Butirômetro utilizado para leitura da gordura em manteiga

Na prática inicialmente adicionava-se 10 mL de ácido sulfúrico 1.825 g/L ao butirômetro, em seguida adicionava-se lentamente 11 mL de leite ou soro, com auxílio de uma pipeta volumétrica. Então era adicionado 1 mL de álcool isoamílico 81.1 g/L e realizava-se a homogeneização manual, seguida de centrifugação entre 1200 a 1400 rpm por 5 minutos. Após a centrifugação, retirava-se o butirômetro da centrífuga e o colocava em banho-maria por 5 minutos na temperatura de  $65 \pm 1^\circ\text{C}$  e realizava-se a leitura.

O ácido digere as proteínas que se encontram ligadas à gordura, diminuindo a viscosidade do meio, aumentando a densidade da fase aquosa e fundindo a gordura, devido à liberação do calor proveniente da reação, o que favorece a separação da gordura pelo extrator (álcool isoamílico). A leitura é feita na escala graduada do butirômetro, após centrifugação e imersão em banho-maria (BRASIL 2006).

A Instrução Normativa 62 fixa o teor de matéria gorda no mínimo de 3,0 g/100 g para o leite cru refrigerado (BRASIL, 2011). Segundo a Portaria nº53 (BRASIL 2013), para soros esse valor deve ser de no máximo 0,10%, para soro fluído, e 0,20% para soro pré-concentrado.

#### **4.2.3.10 Proteína**

Era realizada apenas para o leite e feito com auxílio do equipamento Ekomilk, que após alguns segundos realizava a leitura. O resultado encontrado devia ser de no mínimo 2,90%, conforme a Instrução Normativa 62 (BRASIL, 2011).

#### **4.2. 3.11 Antibiótico**

A presença de resíduos de antibióticos, ou antimicrobianos, no leite pode ser vista como um importante indicador de prevalência de mastite no rebanho e, consequentemente, má qualidade microbiológica do leite, potencialmente contaminado por micro-organismos patogênicos. Para evitar a presença dos resíduos de antibióticos no leite deve-se respeitar o período de carência dos medicamentos (TRONCO 2003).

Na Confepar a detecção de antimicrobianos era realizada para leites e soros através do Kit *Charm®*, que identificava resíduos de beta-lactânicos e tetraciclinas. Um dispositivo (fita) para leitura era colocado no bloco aquecedor do equipamento *Charm Ez®* e era adicionada a amostra do produto. Assim que o bloco do equipamento era fechado, o sistema se iniciava automaticamente, e após alguns minutos era dada a leitura no painel como negativo ou positivo.

A leitura também era possível ser realizada observando a coloração das linhas presente na fita.

Tabela 6. Resultados de antibióticos encontrados no Kit *Charm®*.

| Resultado             | Interpretação                              |
|-----------------------|--|
| Negativo              | A linha C é mais fraca que a linha BL e TE |
| Positivo para BL      | A linha C e BL são mais escuras que TE     |
| Positivo para TE      | A linha C e TE são mais escuras que BL     |
| Positivo para BL e TE | A linha C é mais forte que a linha BL e TE |

C- Controle, BL- Betalactânicos, TE- Tetraciclina



Figura 9. Exemplo de resultado no dispositivo Charm test®.  
Fonte: Arquivo pessoal.

#### **4.2.3.12 Fosfatase**

A fosfatase alcalina é encontrada no leite cru e é destruída pelo calor produzido no processo de pasteurização (TRONCO, 2013). A fosfatase é uma enzima que está presente no leite cru e apresenta caráter termolábil, ou seja, no leite pasteurizado o teste de fosfatase deve ser negativo, assegurando que esse leite passou por temperatura ideal de pasteurização e a enzima foi inativada a 75°C. Caso o teste da fosfatase apresente resultado negativo para leite cru, significa que esse leite sofreu algum processo de pasteurização.

A destruição da enzima fosfatase assegura o desaparecimento dos patógenos no leite; por isso, sua inativação é utilizada para controlar o processo de pasteurização (ORDOÑEZ, 2005).

A Instrução Normativa nº 68 considera o teste de fosfatase positivo quando há a formação de coloração amarelada na solução (BRASIL, 2006).

Na Confepar era realizado teste de fosfatase para o leite, através de um reagente de solução alcalina (kit comercial para fosfatase), que em contato com a fosfatase presente na amostra adquire coloração amarelo-limão (Figura 9). Colocavam-se duas gotas da amostra de leite em um tubo de ensaio e adicionava-se 1 mL do reagente. Após reação, a amostra apresentava resultado positivo através da coloração amarelo-limão, ou seja, enzima presente no leite. Já para o resultado negativo a coloração encontrada era amarelo-palha, ou seja, ausência da enzima fosfatase.

#### **4.2.3.13 Peroxidase**

A Peroxidase é uma enzima naturalmente encontrada no leite cru, que é destruída quando o leite é aquecido a 85-90 °C, por 20 segundos. Após o tratamento térmico, a peroxidase permanece ativa apresentando uma coloração que serve de indicador para assegurar que o processo de pasteurização foi realizado adequadamente (TRONCO, 2013).

De acordo com a Instrução normativa nº 68, o teste é considerado positivo quando há a formação de um anel róseo salmão (BRASIL, 2006). Portanto, a enzima deve estar presente nos leites pasteurizados que receberam tratamento térmico adequado: pasteurização lenta (62 a 65°C / 30 minutos) ou pasteurização rápida (72 a 78°C / 15 segundos) (ORDOÑEZ, 2005).

Na Confepear, a técnica utilizada constituía-se em pipetar 10 mL de amostra em tubo de ensaio e adicionar 2 mL da solução de guaiacol a 1%, seguindo-se da adição de três gotas da solução de peróxido de hidrogênio a 3%. Aguardava-se cinco minutos e observa-se o resultado. O teste deveria ser positivo através da presença de um anel salmão, conforme descrito na Instrução normativa nº 68 (BRASIL, 2006).

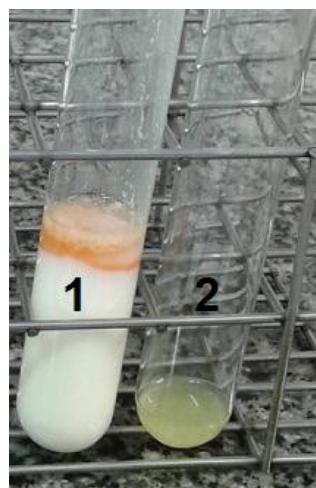


Figura 10. Peroxidase e Fosfatase do leite cru.

Fonte: Arquivo pessoal.

Tubo 1 peroxidase e Tubo 2 fosfatase.

#### 4.2.3.14 Teste de Conservantes e Inibidores

Segundo Brasil (1952), é considerado fraudado, adulterado ou falsificado o leite que for adicionado de substâncias conservadoras ou de quaisquer elementos estranhos à sua composição.

Na Confepar, para análise diária de conservantes e inibidores, eram realizados os testes de peróxido de hidrogênio, bicarbonato de sódio e formol.

**Tabela 7. Teste de fraudes por adição de conservantes, inibidores e reconstituintes.**

| <b>Teste</b>           | <b>Coloração</b> |                 |
|------------------------|------------------|-----------------|
|                        | <b>Positivo</b>  | <b>Negativo</b> |
| Peróxido de Hidrogênio | Salmão           | Inalterada      |
| Bicarbonato de Sódio   | Vermelho-Carmim  | Alaranjada      |
| Formol                 | Salmão           | Inalterada      |
| Cloreto                | Amarela          | Marrom          |

A adição de peróxido de hidrogênio tem o intuito de aumentar o volume, por adição de água, mascarando a real qualidade do leite. A técnica se baseia na adição 10 mL de leite em um tubo de ensaio e 2 mL de guaiacol a 1%. Conforme a Instrução Normativa 68 (BRASIL, 2006), a detecção de resultado positivo se dá pela formação de coloração salmão na amostra, devido a ação da enzima peroxidase presente no leite, que hidrolisa o peróxido, liberando oxigênio e permitindo a reação com o guaiacol.

O bicarbonato de sódio é um alcalino capaz de neutralizar a acidez, sendo assim, é adicionado com intuito de mascarar leite “velho” com alto grau de acidez. Conforme Brasil (2006), a presença de alcalinizantes na amostra é revelada pela ação do ácido rosólico usado como indicador do teste.

No laboratório a técnica e os resultados eram feitos conforme a Instrução Normativa nº68. Era feita adição de 5 mL da amostra em um tubo de ensaio, mais a adição de 10 mL de álcool etílico, e duas gotas de ácido rosólico a 2%. Em seguida era feita a agitação e leitura, sendo a coloração vermelho carmim positivo, presença de neutralizantes de acidez, e a coloração alaranjada negativa.

O formol é um composto com ação antimicrobiana, que é utilizado através de fraudes para promover a conservação do leite. O teste e os resultados eram feitos conforme a Instrução Normativa nº68, onde era adicionado 10 mL da amostra de leite em tubo de ensaio, mais 2 mL de solução de floroglucina a 1% em solução de hidróxido de sódio a 10%. Em seguida era feita agitação do tubo e realizada a

leitura, onde se apresentava positiva pela presença da coloração salmão, e negativa com coloração inalterada.

#### **4.2.3.15 Teste de Reconstituintes**

A adição de cloretos pode ser feita com intuito de reconstituir a densidade normal do leite, e em casos de leite mastítico, pode ocorrer alteração da composição salina apresentando resultado positivo.

De acordo com a Instrução Normativa nº68, esse teste baseia-se na reação do nitrato de prata com os cloretos, em presença de cromato de potássio como indicador (BRASIL, 2006).

A técnica se baseava na adição de 2 mL de amostra de leite, 2 mL de cromato de potássio e 2 mL de nitrato de prata a 0,047 N. Em seguida era feita agitação e leitura, onde a coloração amarela representava resultado positivo, e a coloração marrom resultado negativo.

O resultado positivo de coloração amarela indicava a presença de cloretos em quantidades superiores à faixa normal (0,08 a 0,1 %) (BRASIL, 2006).

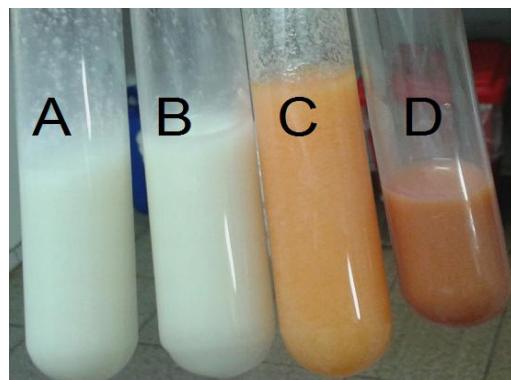


Figura 11. Resultados negativos para fraudes por adição de conservantes, inibidores e reconstituintes.

Fonte: Arquivo pessoal.

- A) Peróxido de hidrogênio
- B) Formol
- C) Bicarbonato de sódio
- D) Cloretos

#### **4.2.3.16 BRIX**

A análise de BRIX era realizada para soro pré-concentrado, através de aparelho refratômétrico digital, em porcentagem BRIX. De acordo com a Instrução

Normativa nº24 (Brasil, 2005), esse aparelho mede o conteúdo em açúcar de líquidos, e é definido como a percentagem de açúcar dissolvido expresso em graus Brix ( $^{\circ}$ B).

Para realização da análise eram colocadas algumas gotas do soro na lente do equipamento e era apertada a tecla “start” várias vezes, até aparecer o mesmo resultado por pelo menos três vezes seguidas na lente do equipamento. O resultado devia estar entre 18 a 23  $^{\circ}$ B.



Figura 12. Aparelho refratométrico BRIX.  
Fonte: Arquivo pessoal.

#### 4.2.3.17 Fervura

De acordo com a Instrução Normativa nº68, o princípio desse teste é que quando a acidez é elevada, há precipitação das proteínas do leite pelo aquecimento (BRASIL, 2006).

A análise era feita com base na adição de 10 mL de amostra em tubo de ensaio, seguida do aquecimento do tubo em bico de bunsen até ocorrer a fervura do soro. Após a fervura verifica-se se ocorreu coagulação, e conforme a Instrução Normativa nº62, caso tenha coagulado e formado grumos, o resultado era dado como positivo.

#### 4.2.3.18 Determinação de ESD e EST

Denomina-se matéria seca total ou Extrato Seco Total (EST) a todos os componentes do leite menos a água (TRONCO, 2003). Quanto maior o EST no leite, maior será o rendimento dos produtos. O Extrato Seco Desengordurado (ESD) refere-se à parte sólida do leite (proteínas, lactose, sais minerais) excluindo-se a

gordura. Para atender aos requisitos de qualidade desta análise, o leite deve apresentar no mínimo 8,4 g/100 g de matéria seca desengordurada (BRASIL, 2002).

Para determinação do EST do leite e do soro fluído era necessário ter os valores da gordura e densidade da amostra. Em seguida era realizado o cálculo a seguir:

$$X = 1,2 \cdot G + 0,25$$

$$EST = \frac{4}{(1000 - D)} + X$$

Onde:

- “X” é variável fixa,
- “D” é o valor da densidade,
- “EST” é o valor do Extrato seco Total.

Para soro pré-concentrado não era utilizada a fórmula, era utilizada uma tabela (Tabela 8).

Tabela 8. Valores para Densidade e Extrato Seco Total do soro

| Densidade (g/cm <sup>3</sup> ) | EST (%) |
|--------------------------------|---------|
| 1054                           | 13      |
| 1056                           | 14      |
| 1058                           | 15      |
| 1062                           | 16      |
| 1066                           | 17      |
| 1070                           | 18      |
| 1074                           | 19      |
| 1078                           | 20      |
| 1082                           | 21      |
| 1086                           | 22      |
| 1090                           | 23      |
| 1094                           | 24      |
| 1098                           | 25      |
| 1102                           | 26      |
| 1106                           | 27      |
| 1111                           | 28      |
| 1115                           | 29      |
| 1119                           | 30      |
| 1124                           | 31      |
| 1128                           | 32      |

Fonte: Arquivo Confepar.

Conforme o padrão determinado na legislação da Portaria nº 53 (2013), a Confepar considerava como resultado padrão valores entre 18 a 22%. Porém,

valores próximos ainda podiam ser aceitos, mas com restrições, dependendo do destino do soro.

#### 4.2.4 Análises da Matéria-Prima em Estoque

A cada vez que um silo ou maturador completava sua capacidade total de armazenamento, eram analisados alguns aspectos físico-químicos do produto ali contido (Tabela 9).

Tabela 9. Análises físico-químicas realizadas no silo ou maturador cheio.

| Análise                | Leite | Soro fluído | Soro pré-concentrado | Creme |
|------------------------|-------|-------------|----------------------|-------|
| Temperatura            | x     | x           | x                    | x     |
| Acidez                 | x     | x           | x                    | x     |
| Estabilidade ao álcool | x     |             |                      |       |
| Alizarol               |       | x           | x                    |       |
| pH                     | x     | x           | x                    | x     |
| Redutase               | x     |             |                      |       |
| Crioscopia             | x     | x           |                      | x     |
| Densidade              | x     | x           | x                    |       |
| Gordura                | x     | x           | x                    | x     |
| Proteína               | x     |             |                      |       |
| Fosfatase              | x     |             |                      |       |
| Peroxidase             | x     |             |                      |       |
| Brix                   |       |             | x                    |       |
| EST                    | x     | x           | x                    |       |
| ESD                    | x     | x           | x                    |       |

Uma análise muito importante nessa etapa é a fosfatase, pois caso o teste dê positivo para leites pasteurizados, este leite deve ser reprocessado, passando novamente pela pasteurização.

As análises de leite, soro fluido e soro pré-concentrado são as mesmas citadas anteriormente. Porém, nessa etapa era feito a análise do creme armazenado nos maturadores.

Entende-se como creme de leite o produto lácteo relativamente rico em gordura retirado do leite por procedimento tecnologicamente adequado, que apresente a forma de uma emulsão de gordura em água (BRASIL, 1996).

A coleta do creme não era feita com pipeta e sim com auxílio de uma seringa de inox Gerber® de 5mL. A temperatura máxima de armazenamento do maturador deveria, ser segundo o Decreto nº30.691 (BRASIL, 1952), DE até 5°C. O pH

também é verificado com auxílio do pHmetro. A acidez era realizada pelo método de Dornic, porém era feita a diluição da amostra, onde se adiciona no tubo de ensaio 5 mL da amostra de creme mais 5 mL de água destilada. A crioscópia também era realizada em crioscópio, mas a quantidade de amostra adicionada era de 2,4 mL. O teste da gordura era realizado no butirômetro de Gerber, modelo Koehler, e o método era o mesmo, onde usava-se a mesma quantidade de ácido sulfúrico (1825 g/L) e álcool isoamílico (811 g/L), porém a quantidade de amostra era diferente. Era necessário fazer diluição, onde adicionava-se no butirômetro 5 mL de creme, com auxílio da seringa, e 5 mL de água destilada morna.

Os resultados da análise do creme seguiam os parâmetros da Portaria nº146, mas a Confepar variava de padrão conforme o destino, ou seja, se era destinado para fabricação de manteiga ou venda. Os padrões físico-químicos variavam conforme o cliente, mas os limites (máximos e mínimos) estão citados na Tabela 6.

Tabela 10. Padrões estabelecidos para análises físico-químicas do creme.

| Análise    | Destino         |                 |
|------------|-----------------|-----------------|
|            | Manteiga        | Venda           |
| Acidez     | 9 a 12°D        | 6 a 12°D        |
| pH         | 6,60 a 6,80     | 6,10 a 6,90     |
| Crioscópia | 0,530 a 0,550°H | 0,500 a 0,580°H |
| Gordura    | 38 a 40%        | 35 a 48%        |

Diariamente eram realizadas análises nos produtos em estoque, ou seja, da matéria-prima armazenada dentro dos silos e maturadores. Essas análises eram sempre realizadas a cada três horas, começando pelas 00:00 horas. O tipo de análise variava conforme o tipo de produto.

Na Tabela 11 a seguir estão descritas quais análises eram realizadas para cada tipo de produto estocado.

Tabela 11. Análises físico-químicas realizadas para controle de estoque.

| Análise                | Leite | Soro fluído | Soro pré-concentrado | Creme | Leitelho |
|------------------------|-------|-------------|----------------------|-------|----------|
| Temperatura            | x     | x           | x                    | x     | x        |
| Acidez                 | x     | x           | x                    | x     | x        |
| Estabilidade ao álcool | x     |             |                      |       | x        |
| Alizarol               |       | x           | x                    |       |          |

A metodologia utilizada para realização das análises físico-químicas eram as mesmas citadas anteriormente. Para o leitelho (subproduto da manteiga), eram usadas as mesmas metodologias realizadas no leite.

#### **4.2.5 Análises dos Produtos Acabados**

A cada começo de produção eram retiradas amostras para realização de análises físico-químicas. Os tipos de análises realizadas variavam conforme o tipo de produto, porém as metodologias realizadas eram as mesmas, exceto para temperatura, que nessa etapa não pode ultrapassar 5°C, conforme era exigido pelo SIF da empresa.

Tabela 12. Análise físico-químicas dos produtos acabados.

| Análise                | Leite prepac | Iogurte | Bebida láctea |
|------------------------|--------------|---------|---------------|
| Temperatura            | x            | x       | x             |
| Acidez                 | x            |         |               |
| Estabilidade ao álcool | x            |         |               |
| pH                     | x            | x       | x             |
| Crioscopia             | x            |         |               |
| Análise Sensorial      | x            | x       | x             |
| Peso                   | x            | x       | x             |
| Volume                 | x            | x       | x             |

Os dados das análises realizadas eram anotados em um formulário e posteriormente eram lançados no sistema.

Com relação à bebida láctea e o iogurte, a temperatura encontrada também não podia ultrapassar 5°C. A análise sensorial baseava-se na degustação (sabor), aspecto visual e odor do produto.

O valor do pH tem sua importância relacionada com o aspecto visual do produto final durante sua conservação, em temperaturas baixas. É fundamental que haja controle rigoroso para que não ocorra separação de fases, acidificação elevada influenciada pelo tempo de fermentação, além de alterações nas características sensoriais que poderão tornar o produto indesejável (VINDEROLA et al., 2000).

#### 4.2.6 Acompanhamento do Processo de Secagem e Concentração

No setor de secagem eram feitos os produtos em pó e o leite concentrado. Os produtos da secagem eram:

- LPI: Leite em Pó Integral;
- LPD: Leite em Pó Desnatado;
- Leitelho (subproduto da manteiga);
- Soro comum;
- Soro 40%.

Entende-se por leite em pó o produto obtido por desidratação do leite de vaca integral, desnatado ou parcialmente desnatado, e apto para alimentação humana, mediante processos tecnologicamente adequados (BRASIL, 1997).

Consideram-se fases de fabricação do leite em pó para consumo humano direto: seleção do leite, padronização dos teores de gordura e de sólidos totais, pré-aquecimento, pré-concentração, homogeneização, secagem por atomização e embalagem (BRASIL, 1952).

Na Confepar, o processo de secagem era realizado através de tubulação em fluxo corrente, com capacidade para processar até 30 mil litros de leite por hora. O leite era apenas concentrado, ou concentrado e secado (pó). O leite concentrado era comercializado para outras empresas que o utilizam como ingrediente para elaboração de outros produtos, como por exemplo, a preparação de bolachas, leite condensado, chocolates entre outros. Já o soro era sempre concentrado e em seguida feito pó, não era comercializado soro na forma concentrada.

O método utilizado para secagem era o de atomização. O produto líquido previamente condensado, com em média 50% de sólidos, era convertido em uma mistura atomizada com aspecto de neblina, através do contato com o ar quente, vapor a 190°C, onde a umidade era evaporada e formava as partículas (pó). O produto seco era separado do restante do ar da câmara com auxílio de exaustores, localizados dentro da tubulação, onde seria resfriado. Então o leite em pó seguia para uma peneira onde eram retiradas as partículas maiores. Em seguida o leite em pó peneirado seguia para as salas de secagem onde era embalado.

O produto que saia da secagem era empacotado em embalagens de 25 kg, formando paletes de 1000 kg com 40 sacos, ou em sacos de leite em pó de embalagem padrão de 200g e 400g.

#### **4.2.6.1 Coleta de produtos da secagem**

Era realizada a coleta para amostragem do produto na sala de secagem. Havia três salas e o tempo de coleta variava de acordo com o processamento. Nas salas 1 e 2 era feita a coleta de palete em palete, no tempo de aproximadamente 40 a 50 minutos. Já na sala 3, o processo era mais rápido e eram coletados apenas dos paletes ímpares, de aproximadamente 50 a 60 minutos cada.

Para coleta da amostra para análise, eram utilizadas máscaras e pro-pés descartáveis, além do uniforme padrão da empresa com a touca. Após coletar as amostras, o analista rapidamente voltava ao laboratório da secagem e realizava as análises necessárias.

#### **4.2.7 Análises Físico-Químicas dos Produtos da secagem**

Em uma planilha eram anotados inicialmente dados do horário que iniciou o palete, maturador de origem do produto, lote, EST (Extrato seco total) do leite líquido, e em qual camada de sacos do palete estava quando coletou a amostra. Em seguida, o analista realizava as outras análises e as anotava na mesma planilha, sempre seguindo a mesma linha. As análises realizadas eram: temperatura, umidade, sedimento, pH, índice de insolubilidade, gordura, acidez, peso específico (densidade), peneiragem e análise sensorial (sabor, odor e cor).

Tabela 13. Características Físico-químicas do leite em pó.

| Análise                     | Integral   | Semi-desnatado | Desnatado  |
|-----------------------------|------------|----------------|------------|
| Gordura (%)                 | ≥26        | 1,5 a 25,9     | <1,5       |
| Umidade (%)                 | Máximo 3,5 | Máximo 4,0     | Máximo 4,0 |
| Índice de solubilidade (ml) | Máximo 1,0 | Máximo 1,0     | Máximo 1,0 |
| Sedimento (Máx.)            | Disco B    | Disco B        | Disco B    |

Fonte: Adaptado de BRASIL (1997).

#### **4.2.7.1 Temperatura**

Com auxílio de um termômetro de contato digital, inseria-se a ponta do termômetro dentro do frasco com o pó recém-coletado e realizava a leitura da temperatura estabilizada. De acordo com os procedimentos da empresa, a temperatura não deveria ultrapassar 40°C, pois se isso acontecer o produto queimou

durante o processo, e este produto já não pode mais ser vendido para consumo humano, e era destinado para ingrediente de ração animal.

#### **4.2.7.2 Umidade**

Após leitura da temperatura era realizada a leitura da umidade. Com auxílio de uma colher era pesado, dentro do prato do leitor de umidade “Mettler Toledo”, 3g da amostra e espalhado proporcionalmente. Em seguida, a tampa do leitor era abaixada e a amostra era aquecida e após alguns minutos o valor da umidade era informado. A Confepar usa como base de seus resultados os parâmetros estabelecidos pela Resolução nº 4 (BRASIL,2000) e pela Portaria nº 146 (BRASIL, 1996), onde a umidade deveria estar entre 1,50 a 1,90% para soros, entre 3,00 a 3,30% para LPI e entre 3,40% a 3,60% para Leitelho e LPD.



Figura 13. Aparelho leitor de umidade.  
Fonte: Arquivo pessoal.

#### **4.2.7.3 Sedimento**

A análise de sedimento era realizada para verificar se houve acúmulo de sedimento na tubulação por onde o pó percorre. Para análise de sedimento era necessário inicialmente realizar a diluição do pó. O produto era sempre diluído em um béquer onde era pesado 250g de água, porém cada produto tem uma quantidade específica a ser pesada de amostra. Os pesos das amostras eram:

- 25 g para LPD;
- 35,7 g para LPI;
- 18 g para Soros e Leitelho.

Após pesada a amostra era adicionada a 250g de água destilada e agitada em agitador mecânico por 5 minutos.

Antes de realizar o sedimento, era necessário realizar as análises de pH, solubilidade e acidez a partir dessa amostra diluída. Somente depois da realização dessas três análises é que se utilizava o restante da diluição para realizar a prova do sedimento.

A técnica constituía-se em filtrar a amostra com auxílio de uma bomba a vácuo, e a leitura era feita através dos discos de filtro de Lentine acoplados ao fundo do funil. Os resultados eram atribuídos “A”, “B” ou “C”. A leitura era visual com base na quantidade de sujidades ou composto aderido ao disco. Onde “A”, era dado para quando não havia presença de sedimento, “B” para quando apresentava pouca quantidade e “C” para quando havia muita quantidade de sujidade ou composto. Os resultados eram comparados com os padrões estabelecidos pela “American Dairy Products Institute” (ADPI).

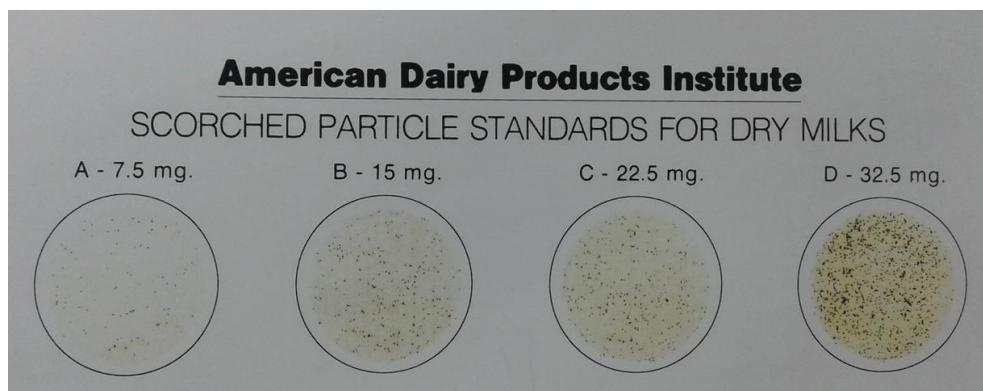


Figura 14. Analise de Sedimento.  
Fonte: Arquivo Confepar.

#### 4.2.7.4 pH

Em um béquer de 50 mL coletava-se um pouco da amostra diluída e media-se o pH com o auxílio do eletrodo do pHmetro. Os resultados eram estabelecidos

conforme a Instrução Normativa 62 e a Portaria nº 53, sendo que para soros o pH deveria estar entre 6,30 a 6,60 e para leites e leitelho, entre 6,60 a 6,80.

#### **4.2.7.5 Índice de Insolubilidade**

Fundamenta-se na determinação do volume, em mililitros, de sedimento (resíduo insolúvel), obtido quando um leite em pó ou produto lácteo em pó é reconstituído e centrifugado (BRASIL, 2006).

Da amostra que foi diluída retirava-se 50 mL em um cone de vidro tampado com rolha, e colocava-se para centrifugar por aproximadamente 5 minutos. Após isso, descartava-se o sobrenadante até a marca de 10 mL, com cuidado para não descartar o resíduo insolúvel que ficava retido no fundo do cone. Em seguida adicionava-se 40 mL de água destilada e colocava-se para centrifugar novamente por 5 minutos. Terminado todo processo, era feita a leitura de quanto de produto não diluiu na ponta do cone. A empresa considerava que o valor encontrado deveria ser de no máximo 1,0 mL, conforme a Portaria nº 146 (BRASIL, 1996).



Figura 15. Cone de sedimento.  
Fonte: Arquivo pessoal.  
1- amostra diluída e 2 insolúvel armazenado.

#### **4.2.7.6 Gordura**

Segundo Instrução Normativa nº62, (BRASIL, 2011) a classificação do leite é feita pelo conteúdo de matéria gorda, em que leite tipo Integral deve ser maior ou

igual a 26%, leite parcialmente desnatado, ou semi-desnatado, entre 1,5 a 25,9% e leite desnatado, menor que 1,5%.

A leitura da gordura para produtos da secagem era realizada em butirômetro de Gerber 35% (Figura 8). A técnica se baseava na mistura de 2,5g de amostra mais 10 mL de água destilada em bêquer de 100 mL, era feito homogeneização da mistura com auxílio de bastão de plástico. Em seguida, adicionava-se 10 mL de ácido sulfúrico 1,825 g/L e 10 mL da diluição que deveria ser adicionado lentamente. Logo após adicionava-se 1 mL de álcool isoamílico (811 g/L), arrolhava-se o butirômetro e o agitava até obter a homogeneização da mistura. Colocava-se para centrifugar e deixava-se em descanso, por alguns minutos, em banho-maria a  $65^{\circ}\pm 1^{\circ}\text{C}$  e realiza-se a leitura.

O valor encontrado deveria estar entre 26 a 28% para LPI e de no máximo 1,5% para LPD, leitelho e soros.

#### **4.2.7.7 Acidez**

A determinação da acidez na Confepar era realizada através de duas maneiras, conforme está descrito na Instrução Normativa nº68, de acordo com o destino do produto.

- Comercialização nacional: Pelo método de Dornic, por peso de amostras já determinadas.
- Exportação: Pelo método SNG (Sólidos não gordurosos) através da titulação de NaOH 0,1N em erlenmeyer.

Para o método de Dornic era retirado 10 mL da amostra diluída e colocado em tubo de ensaio, adicionava-se 5 gotas de indicador de fenolftaleína 1%. A titulação era feita com solução de Dornic até atingir a coloração rósea. O valor encontrado deveria estar entre 8 a 16°D para soros e 14 a 17°D para leites.

Pelo método SNG de titulação de NaOH 0,1N em erlenmeyer, antes da titulação era necessário encontrar o peso da amostra que será diluída, pois não se utilizava os valores já estabelecidos citados anteriormente.

Para encontrar o peso da amostra era necessário conhecer os valores das variáveis de umidade e gordura e realizava-se o cálculo a seguir:

$$X = 100 - (\% \text{ gordura} + \% \text{ umidade})$$

$$PA = \frac{500}{X}$$

Onde:

- “X” é a porcentagem de diferença entre o somatório da gordura e umidade.
- “PA” é o peso da amostra a ser diluída.

Após encontrar o valor da amostra era feito a diluição, por agitação, da amostra em erlenmeyer de 125 mL mais 50 mL de água destilada. Em seguida a mistura permanecia em repouso por 20 minutos e passado esse tempo, adicionava-se 2 mL de fenolftaleína 2% e realizava-se a titulação com NaOH 0,1N, até que fosse atingido a coloração rósea. O processo de titulação não deveria ultrapassar 45 segundos e o resultado encontrado deveria ser multiplicado por dois. O valor estabelecido encontrado deveria estar entre 7 a 8 mL, ou seja, 14, a 16°D, conforme os parâmetros estabelecidos pela Resolução nº 4 (BRASIL, 2000) e pela Portaria nº 146 (BRASIL, 1996).

#### **4.2.7.8 Peso específico**

Através do peso específico é possível encontrar o valor da densidade da amostra

Sobre a balança analítica colocava-se a proveta com o funil e retirava-se a tara, em seguida era pesado e adicionar dentro da proveta 20 g de amostra. Então colocava-se a rolha e realizava-se por dez vezes um mesmo movimento, onde levantava-se verticalmente toda a base da proveta, numa altura de 20 cm, e a soltava sobre uma superfície plana para o produto descer e realizava-se a leitura. Após leitura realizava-se o seguinte cálculo.

$$D = \frac{m}{v}$$

Onde:

- “D” é a densidade a ser encontrada;
- “m” é a quantidade de amostra pesada, ou seja, 20 g.
- “v” é o volume, ou seja, o valor encontrado na leitura.

Era considerado padrão densidades entre 0,57 a 0,67 g/mL para LPI e 0,64 a 0,74 g/mL para LPD, leitelho e soros.



Figura 16. Análise de peso específico.  
Fonte arquivo pessoal.

#### 4.2.7.9 Peneiragem

Esse procedimento era utilizado para determinar a qualidade granulométrica do pó. Era pesado 100g da amostra em pó coletada em um béquer com tara, em seguida era despejado a amostra em uma peneira e realiza-se vibração manual. Era então pesado as partículas que ficaram acumuladas na malha da peneira. O valor estabelecido pela empresa deveria ser de no máximo 1g.

#### 4.2.7.10 Análise Sensorial

Segundo BRASIL (1997), o leite em pó deve apresentar as características de aspecto uniforme e sem grumos, não conter substâncias estranhas macro e microscopicamente visíveis, apresentar cor branco amarelado, sabor e odor agradável, não ser rançoso e ser semelhante ao leite fluído.

O analista observa aspectos de cor, odor e sabor da amostra que foi coletada ainda na forma em pó. Verifica-se a cor estava fora do padrão, como por exemplo, com aspecto queimado. Observava-se a presença de odor estranho, bem como realizava-se a degustação do produto para verificar se estava diferente do que era

considerado padrão. Caso houvesse alguma anormalidade, era anotado e informado a produção e ao encarregado para que fosse feita verificação do processo.

#### **4.2.8 Análises Físico-Químicas do leite UHT**

Além do laboratório central e o laboratório da secagem, a Confepar possuía outro laboratório localizado dentro do setor de UHT, que realizava análises do leite UHT e manteiga durante a produção.

O leite UHT produzido recebia monitoramento a cada 30 minutos. Onde era feito análise de crioscopia, para controlar possíveis adições de água durante o processo, e sedimentação, para verificar se houve acúmulo de sedimento na tubulação por onde o leite percorre. A cada hora era realizado também uma análise geral, onde era feito além da crioscopia e sedimento, a análise de pH, gordura, densidade e acidez Dornic.

Além das análises citadas era realizado também, a cada 30 minutos, pesagem e testes nas embalagens, Tetra Brik®. A pesagem era realizada para todas as máquinas da TetraPak® que estavam processando leite, seja modelo *Card* ou *Speed*, e eram coletadas aleatoriamente três embalagens que eram pesadas e anotados o peso individual e a média dos pesos. O peso padrão para leite integral deveria estar entre 1,060 e 1,065 g, já para leite semi-desnatado e desnatado deveria estar entre 1,070 a 1,075 g.

Os valores estipulados para pesagem eram com base no somatório da densidade do leite, que variava entre 1,028 e 1,032 g/L, conforme Brasil (2011), mais o peso da embalagem Tetra Pak® vazia, que variava em média, 34,8 g.

O teste de embalagens era realizado apenas para as embalagens das máquinas modelo *Card*, pois essas podem apresentar problemas durante a soldagem da embalagem. Era realizados três tipos de teste: o eletrolítico, de resistência e pigmentação da soldagem.

Começando de dentro para fora, a embalagem Tetra Brik® era composta pelas seguintes camadas e funções: duas camadas de polietileno que garantem a qualidade da termossoldagem e do isolamento do produto no interior da embalagem; uma camada de alumínio que, com seus poros vedados, impede a penetração de oxigênio, vapor de água e raios ultravioleta; mais uma camada de polietileno, funcionando como adesivo entre o papel e o alumínio; uma camada de papel cartão,

garantindo estrutura ao laminado, resistência e fácil impressão e, por fim, uma camada de polietileno, com a função de proteger a penúltima camada (EVANGELISTA, 2008).

O teste eletrolítico constituía-se em realizar o corte ao meio da “caixinha” Tetra Brik®, sem cortar a solda, e mergulhar ambas as partes em uma solução de condutividade salina e acrescentar um pouco da mesma solução dentro das duas metades. Em seguida era colocado um eletrodo com uma das pontas dentro da caixa e a outra fora. Era verificado então a leitura no equipamento. Caso a variação fosse maior que 0,1 a embalagem poderia apresentar algum microfuro. Era então coletado novas amostras, e se o erro insistisse era necessário avisar o encarregado da produção para que fossem feitos os ajustes necessários na máquina.

O teste de resistência constituía-se em romper, usando a força manual, a soldagem que lacra a embalagem em cima e em baixo. A soldagem não deveria se romper facilmente e não deveria ficar intacta, mostrando assim que a soldagem da máquina está sendo feita de maneira correta.

O teste de pigmentação constituía-se em pigmentar a canalização formada no meio da soldagem que une a embalagem ao meio. Ao injetar a tinta, com auxílio da agulha de uma seringa, ela não deveria sair do canal. Mostrando assim que a soldagem estava sendo feita corretamente pela máquina.



Figura 17. Testes realizados na embalagem do leite UHT.  
Fonte: Arquivo pessoal.

- 1) Teste de eletrolítico
- 2) Teste de pigmentação
- 3) Teste de resistência

#### **4.2.9 Análises Físico-Químicas da Manteiga**

Por manteiga entende-se o produto gorduroso obtido exclusivamente pela bateção e malaxagem, com ou sem modificação biológica do creme pasteurizado derivado exclusivamente do leite de vaca, por processos tecnologicamente adequados (BRASIL, 1996).

Conforme citado anteriormente, no laboratório de UHT da Confepar, eram realizados testes durante a produção da manteiga. Os produtos gerados eram tabletes de 500g, caixas de 5 kg e caixas de 20 kg. Porém, durante o estágio só foram acompanhadas as produções de tabletes de 500g e caixas de 20 kg.

Durante a produção da manteiga era necessário realizar coleta de amostras. Para manteiga em tablete de 500g era realizado coleta de uma amostra a cada 30 minutos para análise “Shelf Life”, e duas amostras a cada 15 minutos para análises microbiológicas. Já para manteiga em caixa de 20 kg, era coletado uma amostra por partida para “Shelf Life”, e uma amostra por palete para microbiologia, exceto no quinto palete onde eram coletadas três amostras.

As análises físico-químicas realizadas na manteiga eram de umidade, gordura, acidez e insolubilidade.

##### **4.2.9.1 Umidade**

A umidade é determinada pela perda de massa em condições nas quais, água e substâncias voláteis são removidas. O resíduo obtido após evaporação representa os sólidos totais da amostra (BRASIL, 2006).

A análise de umidade era realizada a cada coleta de palete. O método se baseava em pesar 10 g de manteiga dentro de um cadiño de alumínio, já tarado na balança, e aquecê-lo com auxílio do bico de bunsen até que a manteiga levantasse fervura e parasse de fazer pequenos barulhos. Em seguida o cadiño com a manteiga era derretido e era colocado novamente na balança analítica, já com a tara, e era pesado. Do valor encontrado desconsiderava-se o fator de correção fixo no valor de 0,3. Conforme os requisitos estabelecidos na Resolução nº4 de 28 Junho de 2000 (BRASIL, 2000), os resultados encontrados deveriam estar entre e 16% de umidade.



Figura 18. Leitura da análise de umidade na manteiga.  
Fonte: Arquivo pessoal.

#### 4.2.9.2 Gordura

A análise de gordura era realizada uma única vez por partida, sendo que cada partida continha, em média, de seis a sete paletes.

Para realização da análise era utilizado um butirômetro de Gerber modelo Roeder (Figura 9). Inicialmente eram pesados 5 g de amostra da manteiga em cálice de vidro onde era fixado o butirômetro, em seguida adicionava-se 10 mL de ácido sulfúrico (1.825 g/L) dentro do butirômetro, e lentamente adicionava-se água destilada até atingir a margem de 85% representado no butirômetro. Então era adicionado 1 mL de álcool isoamílico (811 g/L), o butirômetro era arrolhado e agitado. Após homogeneização coloca-se para centrifugar por 5 minutos, depois em banho-maria por alguns segundos e realiza-se a leitura. Os valores devem ser de no mínimo 82% de gordura, o que condiz com o padrão exigido pela Resolução nº4 de 28 Junho de 2000 (BRASIL, 2000), onde o valor mínimo deveria ser de 80% de gordura.



Figura 19. Leitura da análise de gordura na manteiga.  
Fonte: Arquivo pessoal.

#### 4.2.9.3 Acidez

Consiste na titulação de determinada massa de gordura filtrada, dissolvida em solvente apropriado por uma solução alcalina de concentração conhecida, utilizando como indicador fenolftaleína (BRASIL, 2006).

A análise de acidez era realizada também uma única vez por partida e era feita com base nos padrões descritos na Instrução Normativa 62 (BRASIL, 2011). Primeiramente era necessário derreter 50g da amostra de manteiga em um bêquer em banho-maria  $\pm 65^{\circ}\text{C}$ , por 10 minutos. Em seguida era pesada 5g da amostra líquida, desconsiderando a espuma, dentro de um erlenmeyer e era adicionado 30 mL da solução de álcool + éter em concentração 2+3, e logo após 5 gotas de fenolftaleína. Era realizada homogeneização e titulado com a solução de Dornic. Anotava-se o volume gasto da solução de Dornic até obter a viragem rósea e então era realizado o seguinte cálculo.

$$A = \frac{100 \cdot N \cdot Fc \cdot V}{m}$$

Onde:

- “A” é a acidez em 100g gordura;
- “N” é a normalidade da concentração de Hidróxido de Sódio;
- “Fc” é o fator de correção;
- “V” volume gasto da solução e Dornic na titulação;
- “m” a massa de manteiga derretida utilizada.

O resultado encontrado deveria estar entre 0,99 e 3,00 mL/100g, de acordo com o padrão de, no máximo, 3 mL/100g estabelecidos pela Resolução nº4 de 28 Junho de 2000 (BRASIL, 2000).

#### 4.2.9.4 Insolubilidade

O insolúvel representava a parte da manteiga que não era derretida, ou seja, a espuma, e era calculado a cada palete através da formula a seguir:

$$\text{Insolúvel} = 100 - \text{umidade} - \text{gordura}$$

O resultado encontrado deveria ser de no mínimo 0,10% e no máximo 2%, conforme estabelece a Resolução nº4 de 28 Junho de 2000 (BRASIL, 2000).

#### **4.2.10 Análises de Produtos ao Último Dia de Validade (Shelf-Life)**

A cada produção, independentemente do tipo de produto, era necessário guardar uma amostra para análise de “Shelf Life”.

O “Shelf Life” constituía em verificar a qualidade dos produtos, mantendo o mesmo em refrigeração até o prazo de vencimento.

No último dia de validade, os produtos eram analisados para a verificação de possíveis alterações em suas características físico-químicas, microbiológicas e sensoriais, podendo-se assim estabelecer se a validade estipulada estava adequada.

Os tipos de análises variavam conforme o produto, porém as metodologias utilizadas eram a mesma já citadas.

Tabela 14. Análise físico-químicas dos produtos ao último dia de validade

| Análise                | Leite prepac | Leite UHT | Iogurte | Bebida láctea |
|------------------------|--------------|-----------|---------|---------------|
| Temperatura            | x            |           | x       | x             |
| Acidez                 | x            | x         |         |               |
| Estabilidade ao álcool | x            | x         |         |               |
| pH                     | x            | x         | x       | x             |
| Análise Sensorial      | x            | x         | x       | x             |
| Peso                   |              |           | x       | x             |
| Volume                 |              |           | x       | x             |

#### **4.2.11 Análises da Água Industrial**

A análise da água industrial da Confepar era feita com base no Decreto nº30.691 (BRASIL, 1952), e era importante para manter a perfeita funcionalidade dos principais equipamentos que mantinham a indústria, ou seja, a caldeira e sua “alimentação”, os abrandadores, as torres de resfriamento, o tanque de água gelada e a caixa da água.

A caldeira tinha por função gerar vapor, através do aquecimento, para manter a funcionalidade de diversos equipamentos da indústria. Os abrandadores eram responsáveis por retirar a dureza da água. As torres eram responsáveis por manter o resfriamento e concentração da água industrial. O tanque de água gelada servia

como reservatório da água gelada gerada. A “alimentação” era o vapor gerado pela caldeira, que ia para fábrica e não era reaproveitado, porém retornava novamente à caldeira.

Para o controle da água industrial eram realizadas duas vezes na semana algumas análises, sendo essas: pH, alcalinidade total, alcalinidade hidróxida, cloretos e dureza. Os tipos de análises e resultados variam conforme o local de origem das amostras de água.

Tabela 15. Análises e resultados da água industrial.

| Origem da água        | Análise     |                        |                    |          |         |
|-----------------------|-------------|------------------------|--------------------|----------|---------|
|                       | pH          | Alcalinidade Hidróxida | Alcalinidade Total | Cloretos | Dureza  |
| Caldeira              | 10,5 a 11,9 | Máx 500                | Máx 700            | Máx 300  | 0       |
| Torres                | 7,0 a 9,0   | --                     | Máx 300            | Máx 200  | Máx 250 |
| Abrandadores          | 6,5 a 8,5   | --                     | --                 | --       | 0       |
| Alimentação           | 6,5 a 8,5   | --                     | --                 | --       | 0       |
| Tanque de água gelada | 8,0 a 9,5   | --                     | --                 | --       | --      |
| Caixa da água         | 6,5 a 7,1   | --                     | --                 | --       | --      |

#### 4.2.11.1 pH

A análise do pH na água era feita com auxílio de um pHmetro. No qual era colocado o eletrodo do equipamento dentro da amostra e feita a leitura.

#### 4.2.11.2 Alcalinidade Hidróxida

A Alcalinidade hidróxida é uma componente da alcalinidade total devida, à presença de íons hidroxila ( $\text{OH}^-$ ).

O método de análise era realizado através de uma amostra de 50 mL de água, a ser analisada, em um erlenmeyer. Em seguida era pipetado 10 mL de cloreto de Bário mais 3 gotas de fenolftaleína a 2%. A titulação era realizada com solução de ácido sulfúrico, em concentração de 0,1N, até o ponto de viragem na cor branco. A quantidade de ácido usada era multiplicada por 100, encontrando-se assim o resultado.

#### **4.2.11.3 Alcalinidade Total**

A alcalinidade total da água era dada pelo somatório das diferentes formas de alcalinidade existentes, ou seja, é a concentração de hidróxidos, carbonatos e bicarbonatos.

No laboratório, o método consistia em adicionar 50 mL da água em um erlenmeyer e pingar três gotas de vermelho de metila a 1%. A titulação era realizada com solução de ácido sulfúrico, em concentração de 0,1N, até o ponto de viragem na cor vermelha ou rósea. O resultado era dado pelo volume titulado multiplicado por 100.

#### **4.2.11.4 Cloreto**

A análise de cloreto era importante para saber quais as concentrações de íons cloreto nas amostras de águas e garantir a funcionalidade correta dos equipamentos.

Para analisar os cloreto era necessário ter realizado primeiro a análise de alcalinidade total, pois através dessa amostra eram adicionadas cinco gotas de cromato de potássio 10% e era realizada a titulação com nitrato de prata a 0,1N. O resultado era dado pelo volume titulado multiplicado por 71.

#### **4.2.11.5 Dureza**

A análise de dureza da água estava relacionada com a concentração de alguns determinados minerais dissolvidos na água.

A metodologia consistia em adicionar 50 mL d'água em um erlenmeyer e acrescentar 2 mL de uma solução tampão (amônia) de pH 10 mais 2 gotas de negro de eriocromo. Para um valor de dureza igual a zero, a mistura deveria apresentar coloração azul, caso contrário era realizada titulação com solução de EDTA (ácido etilenodiamino tetra-acético) a 0,01N. O resultado era dado pelo volume titulado multiplicado por 20.

#### **4.2.12 Limpeza e Aferições dos Equipamentos**

Além das análises físico químicas, também foram realizadas atividades que são cotidianas em um laboratório, como a limpeza de equipamentos e recipientes, limpeza do local e aferição dos equipamentos.

Os recipientes e vidrarias eram lavados sempre após o seu uso com detergente neutro e auxílio de esponja e escovas de cerdas. Após a lavagem, os materiais eram enxaguados abundantemente com água corrente e as vidrarias eram colocadas em estufas de secagem. Já os recipientes plásticos eram secos em temperatura ambiente com o bocal direcionado para baixo, ou eram secos com auxílio de papel toalha.

Foram realizadas também, eventualmente, limpezas nas bancadas, equipamentos e chão do laboratório. Diariamente era realizada lavagem do banho-maria. O pHmetro era limpo ao fim de cada análise com água destilada e seco com papel toalha e submerso novamente em sua solução de descanso. O ekomilk era limpo frequentemente com água destilada através da passagem da água por ciclos. O crioscópio era limpo ao fim de cada análise com auxílio de papel toalha.

Além da limpeza, foram realizadas aferições no pHmetro e crioscópio, que eram aferidos a cada turno ou quando houvesse dúvida de leitura.

#### **4.2.13 Lançamento de Dados Analisados no Sistema**

Era necessário lançar os dados das análises, da matéria-prima da recepção e de silos cheios no sistema, pelos analistas do laboratório. Durante o estágio essa tarefa também foi aprendida e executada várias vezes.

## 5. CONSIDERAÇÕES FINAIS

As experiências vividas durante o estágio foram muito importantes e de grande aprendizado profissional e pessoal. Foi sem dúvida muito gratificante poder ter essa oportunidade de presenciar o cotidiano de uma indústria desse ramo, do qual sempre demonstrei ter interesse. Além é claro, de ter a oportunidade de participar das atividades e conseguir colocar em prática o que é visto durante a graduação em teoria.

Foi uma experiência diferente, já que o ambiente era novo e foi possível conhecer novas técnicas e pessoas, ampliando meu conhecimento. Além de tudo, foram vários os desafios enfrentados, não apenas profissionais como também pessoais, todos enfrentados com esforços, apoio e conhecimento já obtidos durante a graduação.

Além dos desafios pessoais, foi possível também vivenciar os desafios encontrados pela empresa, relacionados a problemas encontrados no processamento da indústria, ou até mesmo econômicos, devido à crise pela qual o país tem passado nesse ano. Contudo, foi possível verificar a competência e dedicação dos funcionários, que procuram sempre trabalhar de forma ética e respeitando a legislação. Bem como com a paciência e colaboração dos mesmos para minha aprendizagem e informações fornecidas sempre que lhes solicitei.

Eu apenas tenho que agradecer à Confepar e todos seus funcionários, pois fui tratada muito bem por todos de forma educada e compreensível. Procurando sempre ajudar da forma que lhes era possível. Bem como da confiança depositada em mim e por me deixaram até mesmo participar de uma das palestras apresentadas na empresa.

Por fim tenho a dizer que a realização desse estágio contribuiu para a complementação e ampliação dos meus conhecimentos teóricos adquiridos na faculdade de Zootecnia. O estágio proporcionou crescimento pessoal, intelectual, profissional e humano, pois durante sua realização foram vivenciadas situações práticas da vida profissional de um zootecnista inserido na cadeia produtiva do leite, em especial na área de controle de qualidade de leite e derivados.

## REFERÊNCIAS

- ANDRADE, E. C. B. de. **Analise de alimentos:** uma visão química da nutrição. Livraria Varela, São Paulo 2006.
- ARCURI, E.F. et al. Qualidade microbiológica do leite refrigerado nas fazendas. **Arquivo Brasileiro de Medicina Veterinária e Zootecnia.** v.58; n.3; p. 440-446, 2006.
- BHEMER, M. L. **Tecnologia do Leite: leite, manteiga, queijo, caseína, sorvetes e instalações; produção, industrialização e análise.** São Paulo: Nobel, 1999.
- BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Secretaria de Defesa Agropecuária. Departamento de Inspeção de Produtos de Origem Animal. Instrução Normativa nº 62 de 29/12/2011. **Regulamento Técnico de Produção, Identidade e Qualidade do Leite tipo A, o Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade de Leite Cru Refrigerado, o Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade de Leite Pasteurizado e o Regulamento Técnico da Coleta de Leite Cru Refrigerado e seu Transporte a Granel.** Brasília, 2011.
- BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Secretaria de Defesa Agropecuária. Departamento de Inspeção de Produtos de Origem Animal. Instrução Normativa nº 68 de 12/12/2006. **Métodos analíticos Oficiais Físico-químicos para Controle de Leite e Produtos.** Brasília, 2006.
- BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Secretaria de Defesa Agropecuária. Departamento de Inspeção de Produtos de Origem Animal. Instrução Normativa nº 16 de 23/08/2005. **Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade de Bebida Láctea.** Brasília, 2005.
- BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Secretaria de Defesa Agropecuária. Departamento de Inspeção de Produtos de Origem Animal. Portaria nº 369 de 04/09/1997. **Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade de Leite em Pó.** Brasília, 1997.
- BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Secretaria de Defesa Agropecuária. Departamento de Inspeção de Produtos de Origem Animal. Portaria nº 53 de 10/4/2013. **Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade de Soro de Leite.** Brasília, 2013.
- BRASIL. Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento. Diário Oficial (da) União. Resolução nº 4 de 28/06/2000. **Resolução para denominação de manteiga comum comercializada em território nacional.** Brasília, 2000.
- BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Secretaria de Defesa Agropecuária. Departamento de Inspeção de Produtos de Origem Animal. Portaria nº

146 de 07/03/1996. **Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade dos produtos Lácteos.** Brasília, 1996.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Decreto nº30.691 de 29/03/1952. **Regulamento da Inspeção Industrial e Sanitária dos Produtos de Origem Animal - RIISPOA.** Brasília, 1952.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Secretaria de Defesa Agropecuária. Departamento de Inspeção de Produtos de Origem Animal. Instrução Normativa nº 24 de 08/09/2005. **Manual Operacional de Bebidas e Vinagres.** Brasília, 2005.

BHEMER, M. L. **Tecnologia do Leite: leite, manteiga, queijo, caseína, sorvetes e instalações; produção, industrialização e análise.** São Paulo: Nobel, 1999. 320 pg.

BRITO M. A.; BRITO J. R.; ARCURI E.; LANGE C.; SILVA M.; SOUZA G. **Estabilidade ao Alizarol.** Embrapa, 2005. Disponível em: [http://www.agencia.cnptia.embrapa.br/Agencia8/AG01/arvore/AG01\\_195\\_21720039\\_246.htm](http://www.agencia.cnptia.embrapa.br/Agencia8/AG01/arvore/AG01_195_21720039_246.htm). Acesso em: 17, Jun 2015.

CANA BRAVA, H. A.; GÓMEZ, F. G.; LARREA, M. S. A. Antimicrobianos em Animais Produtores de Alimentos. **Revista ABCZ.** nº 6, janeiro, 2002.

CASTRO, S.P. **Tecnologia de leite e derivados.** Universidade Católica de Goiás, 2009

CONFEPAR. **Manual de Integração.** Londrina, p. 5-7.

CONTI, L. H. A.; SANTOS, M. V. Fatores que afetam a estabilidade térmica do leite ao teste do álcool - Parte 1. **Milkpoint.** 2010. Disponível em: <<http://www.milkpoint.com.br/radar-tecnico/qualidade-do-leite/fatores-que-afetam-a-estabilidade-termica-do-leite-ao-teste-do-alcool-parte-1-57809n.aspx>>. Acesso em> 01, Jun de 2015.

COSTA, L. M.; GÓMEZ, M. F.; MOLINA, L. H.; ROMERO, A. **Purificación y caracterización de proteasas de Pseudomonas fluorescens y sus efectos sobre las proteínas de la leche.** Archivos Latinoamericanos de Nutrición.v. 52, n. 2, p. 1-13, 2002.

EVANGELISTA, José. **Tecnologia de alimentos.** 2ª edição. São Paulo: Atheneu, 2008.

HARDING, F. Antibiotic testing in the United Kingdom, past and future. **Bulletin of International Dairy Federation,** v. 61, p. 283, 1993.

FONSECA, L.F.L. & SANTOS, M.V. **Qualidade do leite e controle de mastite.** Lemos Editora, 2000. 175p.

FOSCHIERA, Jose Luiz. **Indústria de Laticínios: Industrialização do leite, Análises, Produção de derivados.** Porto Alegre: Suliani Editografia Ltda, 2004.

PARANÁ. Governo do Estado do Paraná. Secretaria da Agricultura e Abastecimento do Paraná. Lei nº 16385 de 25/01/2010. Institui o Programa Leite das Crianças. **Diário Oficial do Estado**, Curitiba, 2010.

PARANÁ. Governo do Estado do Paraná. Secretaria da Agricultura e Abastecimento do Paraná. Lei nº 16475 de 22/04/2010. Nova redação aos dispositivos, da Lei nº 16.385/2010, que instituiu o Programa Leite das Crianças. **Diário Oficial do Estado**, Curitiba, 2010.

TRONCO, V. M., **Manual para Inspeção da Qualidade do Leite**, 2<sup>a</sup> ed. Santa Maria: UFSM, 2003.

TRONCO, Vânia Maria. **Manual para Inspeção da Qualidade do Leite**. 3<sup>a</sup> ed. Santa Maria: UFSM, 2008.

TRONCO, V. M. **Manual para Inspeção da Qualidade do Leite**. 5<sup>a</sup> ed. Santa Maria: UFSM, 2013.

OHI, M.; KNOPKI, A. C. G.; BEDNARSKI, F.; NASCIMENTO, L. V.; SILVA, V. B. da. **Princípios Básicos para Produção de Leite Bovino**. Curitiba: UFPR, p.120-126, 2010.

OLIVEIRA, C.A.F.; FONSECA, L.F.L.; GERMANO, P.M.L. **Aspectos relacionados à produção que influenciam a qualidade do leite**. *Higiene Alimentar*, v.13, n.62, p.10- 16,1999.

ORDÓÑEZ, J. A. **Tecnologia de alimentos: Alimentos de origem animal**. Vol. 2- Porto Alegre: Artmed, 2005.

SANTOS, M. V.; FONSECA, L. F. L. **Bactérias psicrotróficas e a qualidade do leite**. Revista CBQL, v.19, p. 12-15, 2003.

SILVA, P.H.F. da; PEREIRA, D.B.C.; COSTA JÚNIOR, L.C.G. **Físico-Química do Leite e Derivados: Métodos Analíticos**. Juiz de Fora: Oficina de Impressão Gráficas e Editora Ltda. 1997. p. 07-38. Maio 2002.

SGARBIERI, V. C. **Proteínas em Alimentos Protéicos**. São Paulo: Varela, 1996.

TINÔCO, A. L. A.; COELHO, M. S. L.; PINTO, P. S. A.; BARCELLOS, R. M. C. Análise das condições físico-químicas do leite oferecido ao comércio em Viçosa – MG. **Revista Higiene Alimentar**, v. 16, n. 98, p. 101-106, jul. 2002.

VIEIRA, L. C.; KANEYOSHI, C. M.; FREITAS, H. de. **Qualidade do leite**. Embrapa Gado de Leite. Sistemas de Produção, 02.Versão Eletrônica, 2005. Disponível em: <<http://sistemasdeproducao.cnptia.embrapa.br/FontesHTML/Leite/GadoLeiteiroZonaBragantina/paginas/qualidade.htm>>. Acesso em> 17, Jun de 2015.

VINDEROLA, C. G., BAILO, N., REINHEIMER, J. A. Survival of probiotic in Argentina yogurts during refrigerate storage. **Food Research International**, Barking, v. 33, n. 2, p. 97-102, 2000.

## ANEXOS

### **Anexo 1. Termo de Compromisso**

|  |   |  |
|--|---|--|
|  | <b>ESTÁGIO EXTERNO</b>  |  |
| <b>TERMO DE COMPROMISSO DE ESTÁGIO<br/>CELEBRADO ENTRE O ESTUDANTE DA UFPR<br/>E A PARTE CONCEDENTE</b>  |   |  |
| <p>A Confepar Agro-Industrial Cooperativa Central, sediada à Rua Av. Arthur Thomaz, nº 2389, Cidade Londrina, CEP 86066-000, CNPJ 76.531.581/0001-50, Fone 43-3379-1313 doravante denominada Parte Concedente por seu representante Claudio Brito e de outro lado, Jessika Fernanda Rocha Mensen, RG nº 7952483-2, CPF010483569-90, estudante do 5º ano do Curso de Zootecnia, Matrícula nº GRR20082693, residente à Rua Miguel Piekarski, nº 190 na Cidade de Curitiba, Estado Paraná, CEP 82540-190, Fone 41-3018-7810/9959-7937, Data de Nascimento 08/11/1988, doravante denominado Estudante, com interveniência da Instituição de Ensino, celebram o presente Termo de Compromisso em consonância com o Art. 82 da Lei nº 9394/96 – LDB, da Lei nº 11.788/08 e com a Resolução nº 46/10 – CEPE/UFPR e mediante as seguintes cláusulas e condições:</p> |   |  |
| <b>CLÁUSULA PRIMEIRA</b> - As atividades a serem desenvolvidas durante o Estágio constam de programação acordada entre as partes – Plano de Estágio no verso – e terão por finalidade propiciar ao Estudante uma experiência acadêmico-profissional em um campo de trabalho determinado, visando:  | a) o aprimoramento técnico-científico em sua formação;<br>b) a maior proximidade do aluno, com as condições reais de trabalho, por intermédio de práticas afins com a natureza e especificidade da área definida nos projetos políticos pedagógicos de cada curso.<br>c) a realização do Estágio (x) <b>OBRIGATÓRIO</b> ou ( ) <b>NÃO OBRIGATÓRIO</b> .<br><b>O presente estágio somente poderá ser iniciado após assinatura das partes envolvidas, não sendo reconhecido ou validada com data retroativa.</b>  |  |
| <b>CLÁUSULA SEGUNDA</b> -  |   |  |
| <b>CLÁUSULA TERCEIRA</b> -   | O estágio será desenvolvido no período de 23/02/2015 a 06/06/2015, no horário das 8:00 às 14:00 e às 12:00 h, (intervalo caso houver) de 15 minutos, num total de 30 h semanais, (não podendo ultrapassar 30 horas), compatíveis com o horário escolar podendo ser denunciado a qualquer tempo, unilateralmente e mediante comunicação escrita, ou ser prorrogado, através de emissão de Termo Aditivo:<br>Em caso do presente estágio ser prorrogado, o preenchimento e a assinatura do Termo Aditivo deverão ser providenciados antes da data de encerramento, contida na Cláusula Terceira neste Termo de Compromisso; |  |
| Parágrafo Primeiro   | Em período de recesso escolar, o estágio poderá ser realizado com carga horária de até 40 horas semanais, mediante assinatura de Termo Aditivo, específico para o período.  |  |
| Parágrafo Segundo  | Nos períodos de avaliação ou verificações de aprendizagem pela Instituição de Ensino, o estudante poderá solicitar à Parte Concedente, redução de carga horária, mediante apresentação de declaração, emitida pelo Coordenador(a) do Curso ou Professor(a) Supervisor(a), com antecedência mínima de 05 (cinqüenta) dias úteis.   |  |
| <b>CLÁUSULA QUARTA</b> -   | Na vigência deste Termo de Compromisso o Estudante será protegido contra Acidentes Pessoais, providenciado pela UFPR e representado pela Apólice nº 0000484 da Companhia Gente seguradora.  |  |
| <b>CLÁUSULA QUINTA</b> -   | Durante o período de <b>Estágio Não Obrigatório</b> , o estudante receberá uma Bolsa Auxílio, no valor de -----, bem como auxílio transporte ( _ especificar forma de concessão do auxílio _ ) paga mensalmente pela Parte Concedente.  |  |
| Parágrafo Único  | Durante o período de <b>Estágio Obrigatório</b> o estudante ( ) receberá ou não receberá (x) bolsa auxílio no valor de -----.   |  |
| <b>CLÁUSULA SEXTA</b> -  | Caberá ao Estudante cumprir a programação estabelecida, observando as normas internas da Parte Concedente, bem como, elaborar relatório referente ao Estágio a cada 06 (seis) meses e ou quando solicitado pela Parte Concedente ou pela Instituição de Ensino;   |  |
| <b>CLÁUSULA SÉTIMA</b> -   | O Estudante responderá pelas perdas e danos decorrentes da inobservância das normas internas ou das constantes no presente contrato;  |  |
| <b>CLÁUSULA OITAVA</b> -   | Nos termos do Artigo 3º da Lei nº 11.788/08, o Estudante não terá, para quaisquer efeitos, vínculo empregatício com a Parte Concedente;   |  |
| <b>CLÁUSULA NONA</b> -   | Constituem motivo para interrupção automática da vigência do presente Termo de Compromisso de Estágio: <ul style="list-style-type: none"> <li>a) conclusão ou abandono do curso e o trancamento de matrícula;</li> <li>b) solicitação do estudante;</li> <li>c) não cumprimento do convencionado neste Termo de Compromisso.</li> <li>d) solicitação da parte concedente</li> <li>e) solicitação da instituição de ensino, mediante aprovação da COE do curso ou professor(a)</li> </ul>  |  |
| E, por COOPERATIVA CENTRAL, acordo com as condições deste Termo de Compromisso, as partes assinam em 04 (quatro) vias de igual teor.<br>Curitiba   |   |  |
| <br>Claudio Brito - Pecador  | <br>Jessika S. Rocha Mensen   | <br>Walter Mello<br>COORDENADOR GERAL DE ESTÁGIOS<br>Coordenador Geral de Estágios<br>(assinatura e carimbo)<br>Matrícula SHM: 120979<br>UFPR/PROGRAMA/CCE |
| PARTE CONCEDENTE<br>(assinatura e carimbo)   | ESTUDANTE<br>(assinatura)   | COORDENADOR DO CURSO – UFPR<br>(assinatura e carimbo)<br>Rodrigo de Almeida Leite<br>Coordenador do Curso de Zootecnia<br>UFPR - Matrícula 201825          |

## Anexo 2. Plano do Estágio

### ESTÁGIO EXTERNO

### PLANO DE ESTÁGIO INSTRUÇÃO NORMATIVA N° 01/03-CEPE

( x ) ESTÁGIO OBRIGATÓRIO

( ) ESTÁGIO NÃO OBRIGATÓRIO

**OBSERVAÇÃO: É OBRIGATÓRIO O PREENCHIMENTO DO PLANO DE ESTÁGIO**

01. Nome do aluno (a): Jessika Fernanda Rocha Mensen
02. Nome do orientador de estágio na unidade concedente: Fernando Maciel
03. Formação profissional do orientador: Química
04. Ramo de atividade da Parte Concedente: Indústria Alimentícia no ramo de Laticínios
05. Área de atividade do(a) estagiário(a): Zootecnia/Controle de Qualidade em Laticínios
06. Atividades a serem desenvolvidas:
  - Realizar o arquivamento do registro de controle de qualidade;
  - Realizar processos de inspeção de entrada de embalagens e insumos;
  - Auxiliar em análises específicas de produtos.

### A SER PREENCHIDA PELA COE

07. Professor supervisor – UFPR (Para emissão de certificado):

a) Modalidade da supervisão: [ ] Direta [ ] Semi-Direta [ ] Indireta

b) Número de horas da supervisão no período: \_\_\_\_\_

c) Número de estagiários concomitantes com esta supervisão: \_\_\_\_\_

*Jessika F. Rocha Mensen*  
Estudante  
(assinatura)

*Fernando Maciel*  
Supervisor Controle de Qualidade  
CRQ 09403567 - 9ª Região  
Orientador de estágio na parte concedente  
(assinatura e carimbo)

*M. S. G.*  
Professor Supervisor – UFPR  
(assinatura)

*Prof. Julia Arantes Galvão*  
Dept. de Medicina Veterinária  
Matr. 204172 - UFPR

*A.P. Célio*  
Comissão Orientadora de Estágio (COE) do Curso  
(assinatura)

### Anexo 3. Ficha de Avaliação



SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
**UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ**  
 COORDENAÇÃO DO CURSO DE ZOOTECNIA  
 CAMPUS I AGRÁRIAS SCA-SETOR DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS  
 CEP: 80035-050 – CURITIBA-PR  
 TELEFONE: (041) 3350-5769  
 E-MAIL: [cursozootecnia@ufpr.br](mailto:cursozootecnia@ufpr.br)

#### FICHA DE AVALIAÇÃO DE ESTÁGIARIO

| <b>5.1 ASPECTOS TÉCNICOS</b>                                |                         | Atribuir Pontuação de 01 a 10 |  |
|---|-------------------------|-------------------------------|--|
| 5.1.1 - Qualidade do trabalho                               |                         | (09)                          |  |
| 5.1.2 Conhecimento Indispensável ao Cumprimento das Tarefas | Teóricas                | (09)                          |  |
|   | Práticas                | (10)                          |  |
| 5.1.3 Cumprimento das Tarefas                               |                         | (10)                          |  |
| 5.1.4 Nível de Assimilação                                  |                         | (10)                          |  |
| <b>5.2 ASPECTOS HUMANOS E PROFISSIONAIS</b>                 |                         | Atribuir Pontuação de 01 a 10 |  |
| 5.2.1 Interesse no trabalho                                 |                         | (10)                          |  |
| 5.2.2 Relacionamento  | Frente aos Superiores   | (09)                          |  |
|   | Frente aos Subordinados | (09)                          |  |
| 5.2.3 Comportamento Ético                                   |                         | (10)                          |  |
| 5.2.4 Disciplina  |                         | (10)                          |  |
| 5.2.5 Merecimento de Confiança                              |                         | (10)                          |  |
| 5.2.6 Senso de Responsabilidade                             |                         | (10)                          |  |
| 5.2.7 Organização   |                         | (10)                          |  |

*Fernando Maciel*  
 Supervisor Controle de Qualidade  
 CRQ 09403567 - 9ª Região

Assinatura e Carimbo do Orientador Responsável pelo Estagiário

*Jessika S. Recha Menun*

Assinatura do Estagiário

## Anexo 4. Ficha de Frequência



SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
 UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ  
 COORDENAÇÃO DO CURSO DE ZOOTECNIA  
 CAMPUS I AGRÁRIAS SCA-SETOR DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS  
 CEP: 80035-050 – CURITIBA-PR  
 TELEFONE: (041) 3350-5769  
 E-MAIL: cursozootecnia@ufpr.br

### FICHA DE FREQUENCIA DE ESTÁGIO

| DIA | MÊS       | ANO  | ENTRADA | SAÍDA  | RÚBRICA | ENTRADA | SAÍDA | RÚBRICA |
|-----|-----------|------|---------|--------|---------|---------|-------|---------|
| 23  | FEVEREIRO | 2015 | 08 :00  | 14 :00 | ○       | :       | :     |         |
| 24  | FEVEREIRO | 2015 | 08 :00  | 14 :00 | ○       | :       | :     |         |
| 25  | FEVEREIRO | 2015 | 08 :00  | 14 :00 | ○       | :       | :     |         |
| 26  | FEVEREIRO | 2015 | 07 :59  | 14 :00 | ○       | :       | :     |         |
| 27  | FEVEREIRO | 2015 | 07 :58  | 14 :00 | ○       | :       | :     |         |
| 02  | MARÇO     | 2015 | 08 :00  | 14:01  | ○       | :       | :     |         |
| 03  | MARÇO     | 2015 | 08 :00  | 14:00  | ○       | :       | :     |         |
| 04  | MARÇO     | 2015 | 08 :01  | 14:02  | ○       | :       | :     |         |
| 05  | MARÇO     | 2015 | 08 :00  | 14:00  | ○       | :       | :     |         |
| 06  | MARÇO     | 2015 | 07 :58  | 14:00  | ○       | :       | :     |         |
| 09  | MARÇO     | 2015 | 07 :58  | 14:01  | ○       | :       | :     |         |
| 10  | MARÇO     | 2015 | 07 :59  | 14:00  | ○       | :       | :     |         |
| 11  | MARÇO     | 2015 | 08 :00  | 14:00  | ○       | :       | :     |         |
| 12  | MARÇO     | 2015 | 08 :00  | 14:00  | ○       | :       | :     |         |
| 13  | MARÇO     | 2015 | 08 :00  | 14:00  | ○       | :       | :     |         |
| 16  | MARÇO     | 2015 | 08 :01  | 14:00  | ○       | :       | :     |         |
| 17  | MARÇO     | 2015 | 07 :57  | 14:00  | ○       | :       | :     |         |
| 18  | MARÇO     | 2015 | 08 :00  | 14:02  | ○       | :       | :     |         |
| 19  | MARÇO     | 2015 | 08 :00  | 14:01  | ○       | :       | :     |         |
| 20  | MARÇO     | 2015 | 07 :58  | 14:00  | ○       | :       | :     |         |
| 23  | MARÇO     | 2015 | 08 :00  | 14:00  | ○       | :       | :     |         |
| 24  | MARÇO     | 2015 | 08 :00  | 14:00  | ○       | :       | :     |         |
| 25  | MARÇO     | 2015 | 08 :00  | 14:00  | ○       | :       | :     |         |
| 26  | MARÇO     | 2015 | 07 :59  | 14:00  | ○       | :       | :     |         |
| 27  | MARÇO     | 2015 | 08 :00  | 14:01  | ○       | :       | :     |         |
| 30  | MARÇO     | 2015 | 07 :58  | 14:01  | ○       | :       | :     |         |
| 31  | MARÇO     | 2015 | 07 :57  | 14:00  | ○       | :       | :     |         |
| 01  | ABRIL     | 2015 | 08 :00  | 14:00  | ○       | :       | :     |         |
| 02  | ABRIL     | 2015 | 08 :01  | 14:02  | ○       | :       | :     |         |
| 03  | ABRIL     | 2015 | 08 :00  | 14:00  | ○       | :       | :     |         |
| 06  | ABRIL     | 2015 | 07 :58  | 14:00  | ○       | :       | :     |         |
| 07  | ABRIL     | 2015 | 08 :00  | 14:01  | ○       | :       | :     |         |
| 08  | ABRIL     | 2015 | 08 :00  | 14:01  | ○       | :       | :     |         |

Fernando Maciel  
 Supervisor Controle de Qualidade  
 CRQ 09403567 - 9ª Região

Assinatura e Carimbo do Orientador Responsável pelo Estagiário

Jessika F. Rocha menin

Assinatura do Estagiário



SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
 UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ  
 COORDENAÇÃO DO CURSO DE ZOOTECNIA,  
 CAMPUS I AGRÁRIAS SCA-SETOR DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS  
 CEP: 80035-050 – CURITIBA-PR  
 TELEFONE: (041) 3350-5769  
 E-MAIL: [cursozootecnia@ufpr.br](mailto:cursozootecnia@ufpr.br)

**FICHA DE FREQUÊNCIA DE ESTÁGIO**

| DIA | MÊS   | ANO  | ENTRADA | SAÍDA | RÚBRICA | ENTRADA | SAÍDA | RÚBRICA |
|-----|-------|------|---------|-------|---------|---------|-------|---------|
| 09  | ABRIL | 2015 | 08:00   | 14:00 | ●       | :       | :     |         |
| 10  | ABRIL | 2015 | 08:00   | 14:01 | ●       | :       | :     |         |
| 13  | ABRIL | 2015 | 07:58   | 14:00 | ●       | :       | :     |         |
| 14  | ABRIL | 2015 | 07:57   | 14:00 | ●       | :       | :     |         |
| 15  | ABRIL | 2015 | 07:58   | 14:02 | ●       | :       | :     |         |
| 16  | ABRIL | 2015 | 08:00   | 14:00 | ●       | :       | :     |         |
| 17  | ABRIL | 2015 | 08:00   | 14:00 | ●       | :       | :     |         |
| 20  | ABRIL | 2015 | 08:01   | 14:00 | ●       | :       | :     |         |
| 21  | ABRIL | 2015 | 07:59   | 14:00 | ●       | :       | :     |         |
| 22  | ABRIL | 2015 | 07:51   | 14:00 | ●       | :       | :     |         |
| 23  | ABRIL | 2015 | 08:00   | 14:01 | ●       | :       | :     |         |
| 24  | ABRIL | 2015 | 08:00   | 14:00 | ●       | :       | :     |         |
| 27  | ABRIL | 2015 | 08:00   | 14:02 | ●       | :       | :     |         |
| 28  | ABRIL | 2015 | 07:59   | 14:00 | ●       | :       | :     |         |
| 29  | ABRIL | 2015 | 08:00   | 14:00 | ●       | :       | :     |         |
| 30  | ABRIL | 2015 | 07:57   | 14:00 | ●       | :       | :     |         |
| 01  | MAIO  | 2015 | 08:02   | 14:02 | ●       | :       | :     |         |
| 04  | maio  | 2015 | 08:01   | 14:00 | ●       | :       | :     |         |
| 05  | maio  | 2015 | 07:58   | 14:01 | ●       | :       | :     |         |
| 06  | maio  | 2015 | 07:58   | 14:00 | ●       | :       | :     |         |
| 07  | maio  | 2015 | 07:58   | 14:00 | ●       | :       | :     |         |
| 08  | maio  | 2015 | 07:58   | 14:00 | ●       | :       | :     |         |
| 11  | maio  | 2015 | 07:59   | 14:02 | ●       | :       | :     |         |
| 12  | maio  | 2015 | 08:00   | 14:00 | ●       | :       | :     |         |
| 13  | maio  | 2015 | 08:00   | 14:01 | ●       | :       | :     |         |
| 14  | maio  | 2015 | 08:01   | 14:01 | ●       | :       | :     |         |
| 15  | maio  | 2015 | 07:58   | 14:00 | ●       | :       | :     |         |
| 18  | maio  | 2015 | 07:59   | 14:01 | ●       | :       | :     |         |
| 19  | maio  | 2015 | 08:00   | 14:00 | ●       | :       | :     |         |
| 20  | MAIO  | 2015 | 08:00   | 14:02 | ●       | :       | :     |         |
| 21  | MAIO  | 2015 | 08:00   | 14:01 | ●       | :       | :     |         |
| 22  | MAIO  | 2015 | 07:58   | 14:01 | ●       | :       | :     |         |
| 25  | MAIO  | 2015 | 07:59   | 14:00 | ●       | :       | :     |         |

*Fernando Maciel*  
 Supervisor Controle de Qualidade  
 CRQ 09403567 - 9ª Região

Assinatura e Carimbo do Orientador Responsável pelo Estagiário

*José Fernando Recha menen*  
 Assinatura do Estagiário



SERVIÇO PÚBLICO FEDERAL  
UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ  
COORDENAÇÃO DO CURSO DE ZOOTECNIA  
CAMPUS I AGRÁRIAS SCA-SETOR DE CIÊNCIAS AGRÁRIAS  
CEP: 80035-050 - CURITIBA-PR  
TELEFONE: (041) 3350-5769  
E-MAIL: [curszootecnia@ufpr.br](mailto:curszootecnia@ufpr.br)

## **FICHA DE FREQUENCIA DE ESTÁGIO**

*Fernando Maciel*  
Supervisor Controle de Qualidade  
CRQ 09403567 - 9ª Região

Assinatura e Carimbo do Orientador Responsável pelo Estagiário

Jessika F. Rocha menen  
Assinatura do Estagiário

## **TERMO DE APROVAÇÃO**

JESSIKA FERNANDA ROCHA MENSEN

**CONTROLE DA QUALIDADE: ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS DO LEITE E  
DERIVADOS EM UMA INDÚSTRIA DE BENEFICAMENTO DE LEITE**

Trabalho de conclusão de curso aprovado como requisito parcial para obtenção do grau de Bacharel em Zootecnia pela Universidade Federal do Paraná.

### **BANCA EXAMINADORA**

---

Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup> Júlia Arantes Galvão

Departamento de Medicina Veterinária- UFPR

Presidente da Banca

---

Prof. Deocy França

Departamento de Medicina Veterinária- UFPR

---

Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup> Maity Zopollatto

Departamento de Zootecnia- UFPR

Curitiba  
2015