

Coleta de dados do índice crioscópico de leite cru refrigerado produzido na microrregião de Ji-Paraná – Rondônia

Paulo Henrique Gasparott
Nádia Nara Valente
Pablo Dias Viera
Greiciely Quino Alves

RESUMO

O índice crioscópico é um parâmetro físico-químico que determina o ponto de congelamento do leite, sendo principalmente utilizado para detectar fraude por adição de água no leite. O presente trabalho objetivou comparar o índice crioscópico obtido em um laticínio da microrregião de Ji-Paraná- Rondônia com base nos dados resultantes das análises de plataforma estabelecidas pelas legislações vigentes do leite cru refrigerado. Foram observadas 279 amostras em um laticínio com Serviço de Inspeção Federal localizado na microrregião de Ji-Paraná, correspondente ao período de 31 dias (16/05/2017 a 16/06/2017). Para análise dos dados foi aplicado testes estatísticos de controle da qualidade na verificação da estabilidade e de capacidade do processo em atender a especificações pré-definidas pelas legislações Decreto 9.013 e IN 62. Os resultados apresentaram que 16,4% das amostras estavam fora do que se determina o Decreto 9.013 e 21,2 % do que se determina a IN 62.

Palavras-chave: Fraude. Ponto de congelamento. Decreto 9.013. Instrução Normativa 62.

Data collection of the cryoscopic indication of refrigerated raw milk produced in the microregion of Ji-Paraná – Rondônia

ABSTRACT

The cryoscopic index is a physical-chemical parameter that determines the freezing point of the milk and is in good state of alert for the notification of lack of water in the milk. The cryoscopic index is a physical-chemical parameter that determines the freezing point of the milk and is in good state of alert for the notification of lack of water in the milk. The objective of the present study was to compare the cryoscopic index obtained in a dairy in the Ji-Paraná-Rondônia microregion based on the data obtained from the platform analyzes established by the current legislation on refrigerated raw milk. A total of 279 samples were observed in a dairy with Federal Inspection Service located in the Microregion of Ji-Paraná, corresponding to the period of 31 days (05/16/2017 to 06/16/2017). For the data analysis, statistical tests of

Paulo Henrique Gasparott – Professor Ms. Universidade Luterana do Brasil.

Nádia Nara Valente – Professor Ms. Universidade Luterana do Brasil.

Pablo Dias Viera – Estatístico.

Greiciely Quino Alves – Estatístico.

Veterinária em Foco	Canoas	v.17	n.2	p.3-11	jan./jun. 2020
---------------------	--------	------	-----	--------	----------------

quality control were applied in the verification of the stability and capacity of the process to meet specifications pre-defined by the laws Decree 9.013 and IN 62. The results showed that 16.4% of the samples were outside the one that determines the Decree 9.013 and 21.2% of which determines the IN 62.

Keywords: Fraud. Freezing point. Decree 9,013. Normative instruction 62.

INTRODUÇÃO

Na cadeia agroindustrial o leite é uma das mais importantes do agronegócio nacional, estando presente em todo o território Brasileiro, sendo o 5º maior produtor de leite em nível internacional, ficando apenas atrás da Índia, Estados Unidos da América, China e Paquistão (FAO, 2016; DIAS, 2017).

Em Rondônia, localizada entre a região norte e a região centro-oeste, o potencial produtivo na pecuária leiteira destaca-se por possuir áreas privilegiadas para a formação de pastagens e com altos níveis pluviométricos, ocupando 8º lugar na produção nacional de leite (SEBRAE, 2015; IBGE, 2016; EMATER, 2016).

A produção de leite em Rondônia se concentra principalmente na região central do estado, com ênfase na microrregião de Ji-Paraná, formada por um conjunto de onze municípios: Governador Jorge Teixeira, Jaru, Presidente Médice, Mirante da Serra, Nova União, Ouro Preto do Oeste, Teixeirópolis, Theobroma, Urupá, Vale do Paraíso e Ji-Paraná, este sendo a sede referência (OLIVEIRA, 2007; CARVALHO, 2012).

Devido à importância do leite na alimentação e à sua natureza perecível é fundamental que seja feito o controle sistemático de qualidade do leite por meio de avaliações físico-químicas e microbiológicas atendendo assim os requisitos mínimos de qualidade fixados pelas legislações vigentes (PANCOTTO, 2011).

O leite é monitorado por órgãos de saúde pública utilizando os testes físico-químicos como ferramentas para investigação de possíveis desvios de composição ou fraudes, podendo ser adulterado por diversos motivos, entre eles o econômico (PEREIRA, 2008).

Dentre as análises físico-químicas para determinar fraudes econômicas, destaca-se o índice crioscópico correspondendo ao ponto de congelamento do leite e indicador se houve adição de água, sendo seus parâmetros de referências estabelecidos por legislações (SILVA et al., 2008).

O decreto 9.013 de março de 2017 determina o índice crioscópico entre -0,530 a -0,555ºH (equivalentes a -0,512 a -0,536ºC). Já a Instrução Normativa 62 de 29 de dezembro de 2011 determina o índice crioscópico entre -0,530 a -0,550ºH (equivalentes a -0,512 a -0,531ºC). Sendo ambos os valores aceitos no Brasil (BRASIL, 2011; BRASIL, 2017).

MATERIAL E MÉTODOS

Foram observadas em forma de coleta de dados 279 amostras de leite cru refrigerado de caminhões-tanque isotérmicos (capacidade de 9000L) em um laticínio com Serviço de Inspeção Federal localizado na microrregião de Ji-Paraná.

A coleta é correspondente ao período de 31 dias (16/04/2017 a 16/05/2017), sendo amostrados diariamente nove caminhões-tanque no momento da recepção do leite conforme estabelecidos pelo Decreto 9.013 de março de 2017 e a Instrução Normativa 62 de dezembro de 2011. Os resultados eram anotados nas planilhas de análise-físico química do leite, no tópico de crioscopia cumprindo as normas do programa de autocontrole implantado na indústria.

Para análise dos dados foi aplicado o teste estatístico controle de qualidade na verificação da estabilidade e capacidade dos processos em atender a especificações pré-definidas pelas legislações. E após foram construídas cartas de controle para médias e de amplitude, para as nove amostras coletadas por dia, analisadas no momento do recebimento do leite.

A construção das análises estatística controle de qualidade, foram realizadas no *software* estatístico livre R Studio (R CORE TEAM, 2017) por meio do pacote de funções para controle estatístico de qualidade, *qcc* (SCRUCCA, 2004).

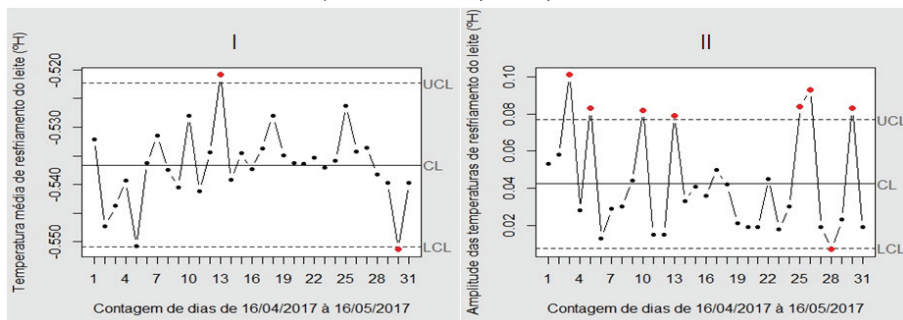
RESULTADOS E DISCUSSÕES

O ponto de congelamento é um importante indicador da qualidade do leite. Ele é determinado principalmente para provar fraldes do leite com água e definir quantidade de água adicionada (BUHBERGER, 2000; JONKUS et al., 2008). Logo o ponto de congelamento de uma solução depende do número de partículas no solvente (fase aquosa do leite), pois à medida que o leite é mais diluído, o ponto de congelamento se aproxima do zero (HARDING, 1999).

Assim com base no que já foi dito a temperatura de congelamento do leite passou pelo controle estatístico de qualidade (ou processo), com a realização de cartas de controle e estudo de capacidade do processo em atender as especificações, comparando-as com o Decreto 9.013 e a IN62. Os dados coletados forneceram uma média de temperatura de $-0,537^{\circ}\text{H}$ e um desvio padrão de $0,016^{\circ}\text{H}$ em relação à média. Foi detectada ainda uma amostra com $-0,616^{\circ}\text{H}$ e outra amostra com $-0,457^{\circ}\text{H}$ como valores de mínimo e máximo, respectivamente.

Na figura 01 está representada a distribuição dos dados a partir de gráficos de cartas de controle de média e amplitude. Nela pode-se observar a existência de causas especiais (marcadas em vermelho), influenciando na temperatura de congelamento e incorrendo a tornar o processo instável, sendo este prejudicial à qualidade do produto.

Figura 01 – Cartas de controle para temperatura de resfriamento do leite: I) Carta de controle para média II) Carta de controle para amplitude.



Fonte: o autor.

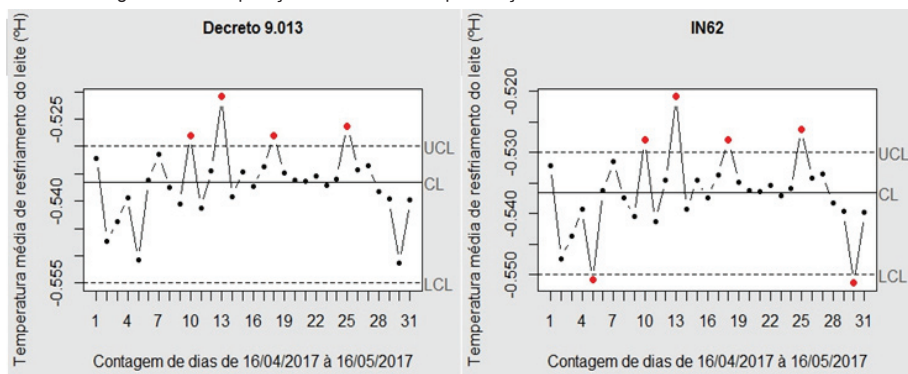
Ainda na figura 01 verifica-se que o processo detectou que em dois dias houve causas especiais, ou seja, valores fora dos limites de controle. Analisando a carta de controle para amplitude, observa-se que o processo apresentou oito dias de causas especiais que influenciaram na variabilidade do processo.

Segundo Arcari e Santos (2012) o índice crioscópico pode apresentar variações em faixas fora dos padrões aceitáveis pela legislação por outros fatores além da fraude por adição de água. Essas variações podem ser causadas por fatores como raça, qualidade da dieta, manejo de bebedouro, estágio de lactação, composição do leite, estação do ano e região geográfica, o que também foi mencionado por Buchberger (2000) e Senevirathn *et al.* (2016). Isso explicaria a variação sobre o ponto de congelamento em países diferentes (ZAGORSKA e CIPROVICA, 2013). Porém Brito *et al.* (2007) afirma que as essas ligeiras variações não chegam a causar alterações no ponto de congelamento do leite.

Além disso, podem ocorrer alterações por fatores externos no processamento do leite, tais como à presença de água nos tubos da máquina de ordenha ou em qualquer outro tipo manipulação que leve a diluição do produto com água (BUTTEL *et al.*, 2008).

Para efeito de comparação, a figura 02 mostra as cartas de controle para a média entre os limites das legislações. Observa-se que houve quatro e seis dias que violaram os limites estabelecidos pelo decreto 9.013 e a IN62, respectivamente. Portanto os gráficos representam um processo fora de controle, visto que era necessário que todos os pontos estivessem dentro dos limites estabelecidos.

Figura 02 – Comparação dos limites de especificações com cartas de controle da média.



Fonte: o autor.

O estudo de capacidade para os índices de crioscopia do leite (figura 03) foi realizado apesar da não estabilidade dos parâmetros, porém para avaliar o potencial do processo foram retiradas as causas especiais evidenciadas na figura 01 pelas cartas de controle para média e amplitude. Na tabela 01 contém as estatísticas de controle após a retirada das causas especiais.

Tabela 01 – Comparação entre a capacidade do processo pelo decreto 9.013/2017 e pela IN 62/2011 para os índices de crioscopia no leite da região central de Rondônia.

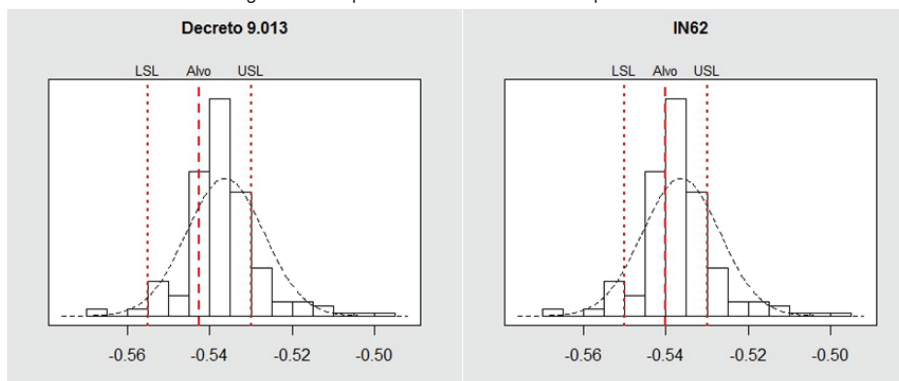
Estatísticas de controle	Decreto 9.013	IN62
Num. de Obs.	189	
Média (°H)	-0,5363	
Desvio Padrão (°H)	0,0094	
Lim. Infer. Especificação (°H)	-0,555	-0,550
Lim. Super. Especificação (°H)	-0,530	-0,530
Valor fora da legislação (%)	16,4	21,2
Valor esperado fora da legislação (%)	27,64	32,6
Cp	0,4412	0,3530
Cpk	0,2221	0,2221

Fonte: o autor.

Na figura 03 é possível visualizar graficamente que houve incapacidade do processo estudado em ambas as legislações, observa-se que o processo está centrado acima do limite superior de especificação. O valor do Cp estimado (capacidade potencial do processo) foi de aproximadamente 0,4412 para o Decreto 9.013 e de 0,3530 para a IN62, sendo assim para ambas as legislações o processo apresenta-se incapaz de produzir valores conforme o que determinam as legislações, onde Montgomery (1997) salienta em sua obra que $(Cp < 1)$ trata-se de um processo incapaz. Isso também é constatado no valor do Cpk, que mede a capacidade efetiva do processo, o qual é inferior a 1 (0,2221) para ambas legislações.

Além disso, analisando o número de índices fora do que determina o Decreto 9.013, estima-se que a cada 1 milhão de coletas são esperada cerca de 276.442 mil amostras de leite fora da especificação entre -0,555 e -0,530°H para o congelamento do leite (crioscopia), o que representa aproximadamente 27,64% de violações esperada ao decreto, equivalendo 2,38 % abaixo do limite inferior e 25,27% acima do limite superior de especificação. Nesse sentido, são esperadas que cerca de 325.951 mil amostras de leite a cada 1 milhão, estejam fora do que determina a IN 62 (entre -0,550 e -0,530°H), o que representa 32,6% de violações, sendo estas 7,33% abaixo das especificações e 25,27% acima das especificações.

Figura 03 – Capacidade do índice de crioscopia do leite.



Fonte: o autor.

Amorim (2017) em um estudo feito no distrito federal e entornos no período de março de 2015 a agosto de 2016, avaliando amostras de leite cru formal verificou que 5,5% do total de 18 amostras estavam em desacordo com IN 62. Já Ribeiro Júnior *et al.* (2013) num estudo em Ivaiporã – PR com leite cru refrigerado, verificou que 25,66% do total de 74 amostras avaliadas, apresentavam índice crioscópico fora da legislação IN 62, valor semelhante ao encontrado neste trabalho.

De acordo com Bisognin *et al.* (2016) ao avaliar a qualidade do leite cru em um laticínio de médio porte localizado na Região Noroeste do Rio Grande do Sul durante o primeiro semestre de 2016 observou conformidade com a IN 62, mesmo com a heterogeneidade da amostragem de leite realizada, verificando um média de -0,540°H. Resultado semelhante ao encontrado Castro (2011) que verificou média de -0,542°H em pesquisa realizada com leite cru no Vale do Taquari, Rio Grande do Sul, permanecendo dentro das legislações vigentes.

Almeida (2016) ao coletar amostras diretamente dos tanques individuais de 15 propriedades rurais que entregavam leite em dois laticínios no Município de Cacoal-RO, verificou apenas duas propriedades fora das legislações vigentes, representando 13,3%.

Franque *et al.* (2017) em estudo do leite cru comercializado em estabelecimentos comerciais da cidade de Garanhuns – PE nos meses de junho e julho de 2013 verificou 92% (23/25) estavam fora do padrão de crioscopia, sendo elas superiores a $-0,530^{\circ}\text{H}$.

Colaborando com o resultado obtido por Franque *et al.* (2017) e Medeiros (2017) avaliando a qualidade do leite utilizado em queijarias artesanais no Rio Grande do Norte obteve 88% das amostras fora do padrão de crioscopia segundo a IN 62, abaixo de $-0,550^{\circ}\text{H}$.

Já Ewald *et al.* (2017) em estudo no Paraná obteve apenas 0,32% de amostras fora de ambas às legislações, representando uma única amostra ($-0,529^{\circ}\text{H}$). Contudo 20,21% apresentaram resultado não detectáveis. Isso pode ser explicado pela adição de álcool utilizada juntamente com a água para mascarar a fraude, porém se usado em grandes concentrações impede a leitura do ponto de congelamento da amostra pelo crioscópio, registrando apenas “erro”.

CONCLUSÃO

Os resultados dos índices crioscópicos observados na microrregião de Ji-Paraná demonstraram a importância das análises de plataformas, verificando significativo desacordo segundo determinados pelas legislações vigentes, identificando adulteração com intuito de rendimento do leite, diminuindo assim seu valor nutritivo e colocando em risco a saúde do consumidor.

REFERÊNCIAS

- ALMEIDA, F. M. *Qualidade de leite bovino produzido em propriedades de agricultura familiar, Cacoal/RO*. 2016. 53 f. Dissertação (Mestrado em Produção Animal) - Universidade Brasil, Campus Descalvado, São Paulo, 2016.
- AMORIM, A. L. B. C. *Avaliação da presença de substâncias químicas em leites cru e beneficiados produzidos e comercializados no Distrito Federal e Entorno*. 2017. 49 f. Dissertação (Mestrado em Saúde Animal) - Universidade de Brasília, Faculdade de Agronomia e Veterinária de Brasília, 2017.
- ARCARI, M.A., SANTOS, M. V. Artigo técnico. *Fatores que podem alterar a crioscopia do leite*. 2012. Disponível em: <https://www.milkpoint.com.br/mypoint/6239/p_fatores_que_podem_alterar_a_crioscopia_do_leite_4319.aspx>. Acesso em 25 de out. 2017.
- BISOGNIN, F. et al. Caracterização físico-química do leite para produção de derivados em um laticínio na Região Noroeste do Rio Grande do Sul - Nota técnica. *Revista SODEBRAS*, v.11, p.228 - 233, 2016.
- BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. *Decreto Nº 9.013, de 29 de Março de 2017*. Brasília: MAPA, 2017. Disponível em:<<http://www2.camara.leg.br/legin/fed/decret/2017/decreto-9013-29-marco-2017-784536-norma-pe.html>>. Acesso em 24 de set. 2017.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. *Instrução Normativa nº 62, de 29 de dezembro de 2011*. Dispõe sobre regulamentos técnicos de produção, identidade, qualidade, coleta e transporte de leite. Brasília: Diário Oficial da União, 2011. Disponível em: <<http://www.apcbrh.com.br/files/IN62.pdf>>. Acesso em 01 de set. 2017.

BRITO, M. A et al. *Crioscopia*. 2007. Disponível em:< http://www.agencia.cnptia.embrapa.br/Agencia8/AG01/arvore/AG01_185_21720039246.html> Acesso em 20 de set. 2017.

BUHBERGER, J. Umweltfaktoren und rohmilch. *DMZ- Lebensmittelindustrie un Milchwirtschaft*, v.121, p.1054 – 1059, 2000.

BUTTEL, B. et al. Freezing point osmometry of milk to determine the additional water content – an issue in general quality control and German food regulation. *Chemistry Central Journal*, v.2, n.6, 2008.

CARVALHO, G. L.O. *Uso da análise espacial para avaliação de indicadores de qualidade do leite na microrregião Ji-Paraná, Rondônia, 2011*. 2012. 121 f. Dissertação (Mestrado em Ciências e Tecnologia de Leite e Derivados) - Universidade Federal de Juiz de Fora, Juiz de Fora, 2012.

CASTRO, A. D. *Avaliação da qualidade do leite in natura antes, após 30 e 60 dias de congelamento*. 2015. Disponível em: <<https://www.univates.br/tecnicos/media/artigos/alessandra.pdf>>. Acesso em 30 de out. 2017.

DIAS, J. A. *Avanços e desafios para melhoria da qualidade do leite cru em Rondônia*. Porto Velho: EMBRAPA, 2016. Disponível em:<<https://www.embrapa.br/busca-de-noticias/-/noticia/17136641/artigo---avancos-e-desafios-para-melhoria-da-qualidade-do-leite-cru-em-rondonia>>. Acesso em 15 de set. 2017.

EMATER-RO – *Entidade Autárquica de Assistência Técnica e Extensão Rural do Estado de Rondônia*. Bovinocultura de Leite, 2016. Disponível em:<<http://www.emater.ro.gov.br/ematerro/2016/07/12/bovinocultura-leiteira/>>. Acesso em 29 set. 2017.

EWALD, M.P.C. et al. Programa de monitoramento e combate à fraude no leite cru refrigerado de uso industrial no estado do paraná – primeira fase In: VI ENCONTRO DO SISTEMA BRASILEIRO DE INSPEÇÃO DE PRODUTOS DE ORIGEM ANIMAL. *Anais...* Fortaleza: Higiene Alimentar, 2017.

FAO - Food and Agriculture Organization of the united nations. Dairy Production and Products – Milk Production, 2016.

FRANQUE, M. P. et al. Avaliação microbiológica e físico-química do leite cru comercializado em estabelecimentos comerciais da cidade de Garanhuns–PE. *Revista Brasileira de Agrotecnologia*, v.7, n.1, p.64-67, 2017.

HARDING, F. *Milk quality*. Gaithersburg: Aspen Publication, 1999. p.62 – 67.

IBGE - *Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística*, 2016. Disponível em: <<https://cidades.ibge.gov.br/v4/brasil/ro/panorama>>. Acesso em 20 de ago. 2017.

JONKUS, D. et al. Analysis of influencing factors for cows milk freezing point. In: PROCEEDINGS OF THE INTERNATIONAL SCIENTIFIC CONFERENCE IMPLICATION OF DIFFERENT PRODUCTION TECHNOLOGIES ON ANIMAL HEALTHANDFOOD PRODUCTSQUALITY INDICES. Latvia: Sigrā, 2008. p.128–135.

MEDEIROS, N. C. *Qualidade do leite utilizado em queijarias artesanais no Rio Grande*

- do Norte. 2017. 42f. Dissertação (Mestrado em Ciência Animal: Sanidade Animal) - Universidade Federal Rural do Semi-Árido, Mossoró, 2017.
- MONTGOMERY, D. C. *Introduction to statistical quality control*. 3 ed. New York: John Wiley & Sons, 1997.
- OLIVEIRA, S. J. M. *Aspectos econômicos da pecuária de leite em Rondônia*. Porto Velho: Embrapa Rondônia, 2007. 14 p. (Documentos, 117).
- PANCOTTO, A. P. *Análise das características físico-químicas e microbiológicas do leite produzido no Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Sul – Campus Bento Gonçalves*. 2011. 34 f. Monografia (Trabalho de Conclusão em Tecnologia em Alimentos) - Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio Grande do Sul, Bento Gonçalves, 2011.
- PEREIRA, F. R. *A investigação da qualidade do leite como ferramenta de estímulo no aprendizado de conceitos físico-químicos no ensino médio*. 2008. 30 f. Monografia (Licenciatura em Química) - Universidade Federal De Minas Gerais, Belo Horizonte, 2008.
- RIBEIRO JÚNIOR, J. C. et al. Avaliação da qualidade microbiológica e físico-química do leite cru refrigerado produzido na região de Ivaiporã, Paraná. *Revista do Instituto de Laticínios Cândido Tostes*, v.68, n.392, p.5 - 11, 2013.
- SCRUCCA, L. qcc: an R package for quality control charting and statistical process control. *R News*, v.4, n.1, p.11 - 17, 2004.
- SEBRAE - Serviço de Apoio às Micro e Pequenas Empresas em Rondônia. *Diagnóstico do Agronegócio do Leite e Derivados do Estado em Rondônia. Diagnóstico do Agronegócio do Leite e Derivados do estado de Rondônia*. Porto Velho: Governo de Rondônia, 2015. 336 p.
- SENEVIRATHNE, P. G. N. D et al. Evaluation of Cow Factors and Milk Composition on Freezing Point Depression of Cow Milk. *International Journal of Livestock Research*, v.6, n.5, p.61 - 67, 2016.
- SILVA, M.C.D. et al. Caracterização microbiológica e físico-química de leite pasteurizado destinado ao programa do leite no estado de Alagoas. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, Campinas, v.28, n.1, p.226 - 230, 2008.
- ZAGORSKA, J., CIPROVICA I. Evaluation of factors affecting freezing point of milk. *International Journal of Nutrition and Food Engineering*. v.7, n.2, p.389 - 394, 2013.