





AVALIAÇÃO DA QUALIDADE FÍSICO-QUÍMICA DO LEITE CRU REFRIGERADO PRODUZIDO NA REGIÃO DO ARAGUAIA/XINGU

EVALUATION OF THE PHYSICOCHEMICAL QUALITY OF REFRIGERATED RAW MILK PRODUCED IN THE ARAGUAIA/XINGU REGION

Débora Gomes Ricarte¹ , Leandro Alves Lacerda² , Polyana Rafaela Ramos³  e Gabriel Silvério Filbido⁴ 

Recebido em 04 de Dezembro de 2025 | Aprovado em 09 de Fevereiro de 2026

RESUMO

O estudo teve como objetivo avaliar a qualidade físico-química do leite cru refrigerado produzido e comercializado na região do Araguaia/Xingu, Mato Grosso, verificando sua conformidade com a Instrução Normativa nº 76/2018 do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. A pesquisa foi motivada pela relevância econômica da atividade leiteira e pela necessidade de assegurar um produto seguro à população. Foram coletadas amostras de cinco produtores locais e realizadas análises no Instituto Federal de Mato Grosso – Campus Confresa, utilizando metodologias do Instituto Adolfo Lutz (2008). As determinações incluíram acidez titulável, pH, densidade, crioscopia, extrato seco total, umidade, cinzas e caseína, além de testes qualitativos para neutralizantes, peróxido de hidrogênio, ureia, sacarose e amido. Os resultados evidenciaram que as amostras A e B atenderam plenamente aos padrões legais, apresentando acidez entre 0,16 e 0,17 g de ácido láctico/100 mL e pH entre 6,4 e 6,6. As amostras D e E registraram acidez elevada e pH reduzido, indicando início de fermentação microbiana. Os valores crioscópicos das amostras C e D podem indicar adição de água, acompanhados de extrato seco total inferior ao mínimo recomendado. Dessa forma, conclui-se que a qualidade físico-química do leite cru comercializado na região do Araguaia/Xingu mostrou-se heterogênea, refletindo a carência de padronização nas práticas de ordenha e resfriamento, bem como a carência de fiscalização e acompanhamento técnico nas propriedades rurais.

Palavras-chave: Produtores de leite; Avaliação físico-química; Adulterantes no leite; Testes antifraude.

ABSTRACT

The study aimed to evaluate the physicochemical quality of raw milk produced and marketed in the Araguaia/Xingu region of Mato Grosso, verifying its compliance with the Normative Instruction No. 76/2018 of the Ministry of Agriculture, Livestock and Supply. The research was motivated by the economic relevance of the dairy sector and the need to ensure a safe product for the population. Samples from five local producers were collected and analyzed at the Federal Institute of Mato Grosso – Confresa Campus, using methodologies from the Adolfo Lutz Institute (2008). The analyses included titratable acidity, pH, density, cryoscopy, total dry extract, moisture, ash, and casein content, in addition to qualitative antifraud tests for neutralizing agents, hydrogen peroxide, urea, sucrose, and starch. The results showed that samples A and B fully met legal standards, presenting acidity between 0.16 and 0.17 g of lactic acid/100 mL and pH between 6.4 and 6.6. Samples D and E registered high acidity and reduced pH, indicating the beginning of microbial fermentation. The cryoscopic values of samples C and D may indicate the addition of water, accompanied by a total dry extract lower than the minimum recommended. Therefore, it can be concluded that the physicochemical quality of raw milk sold in the Araguaia/Xingu region was heterogeneous, reflecting the lack of standardization in milking and cooling practices, as well as the lack of inspection and technical monitoring on rural properties.

Keywords: Milk producers; Physicochemical evaluation; Adulterants in milk; Anti-fraud tests.

¹ Graduanda em Agronomia, pelo Instituto Federal de Mato Grosso (Campus Confresa). E-mail: deboragomesricarte@yahoo.com.br

² Mestre em Ciência e Tecnologia de Alimentos, pelo Instituto Federal de Mato Grosso. Professor no Instituto Federal de Mato Grosso, Campus Confresa-MT. E-mail: leandro.lacerda@ifmt.edu.br

³ Doutora em Ciências Agrárias pelo Instituto Federal de Goiás (IF Goiano). Professora no Instituto Federal de Mato Grosso, Campus Confresa-MT. E-mail: polyana.ramos@ifmt.edu.br

⁴ Mestre em Ciência e Tecnologia de Alimentos, pelo Instituto Federal de Mato Grosso. Professor no Instituto Federal de Mato Grosso, Campus Confresa-MT. E-mail: gabriel.filbido@ifmt.edu.br

1 Introdução

O leite é um alimento amplamente consumido e nutricionalmente rico em proteínas, lipídios, carboidratos, vitaminas e minerais. Entretanto, essas características também favorecem o crescimento microbiano, tornando indispensável o monitoramento de sua qualidade por meio de análises físico-químicas e microbiológicas (Souza *et al.*, 2019; Campos *et al.*, 2021). No Brasil, a qualidade do leite cru refrigerado é regulamentada pelas Instruções Normativas nº 76 e 77 do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento, publicadas em 2018, que estabelecem parâmetros obrigatórios para garantir a segurança dos alimentos e prevenir riscos à saúde pública (BRASIL, 2018; Pereira *et al.*, 2021).

Na região do Araguaia/Xingu, apesar da importância da atividade leiteira para pequenos e médios produtores, ainda há deficiências na fiscalização e no controle da qualidade do leite cru comercializado, o que pode resultar na oferta de produtos fora dos padrões legais, comprometendo a segurança alimentar, a confiança na cadeia produtiva e o valor comercial do produto (Silva *et al.*, 2020; Ferreira *et al.*, 2021).

Diante dessa realidade, torna-se essencial realizar análises físico-químicas do leite cru comercializado na região, com o objetivo de identificar eventuais não conformidades e promover a melhoria da qualidade do produto oferecido ao consumidor. Tais avaliações representam instrumentos indispensáveis para assegurar que o leite esteja dentro dos padrões estabelecidos pela legislação e seja apropriado para o consumo humano, além de contribuir para o fortalecimento da cadeia produtiva e para a valorização do trabalho dos produtores locais (Campos *et al.*, 2021).

Assim, este trabalho teve como objetivo realizar a análise físico-química do leite cru refrigerado comercializado na região do Araguaia/Xingu, buscando verificar sua conformidade com os padrões definidos pela legislação vigente. Justifica-se pela escassez de estudos regionais sistematizados que avaliem a qualidade deste alimento na região, evidenciando uma lacuna relevante. Dessa forma, o estudo ressalta a importância do controle de qualidade tanto para a proteção da saúde pública, quanto para o fortalecimento e o desenvolvimento sustentável do setor leiteiro regional.

2 Metodologia

Coleta das Amostras

As amostras de leite cru foram coletadas de forma pontual, no mês de outubro de 2025, junto a cinco produtores da região do Araguaia/Xingu. A seleção das propriedades ocorreu de

maneira aleatória, em razão da inexistência de informações prévias sobre as rotas de coleta e a identificação das unidades rurais produtoras de leite na região, que abrange os municípios de Confresa, Vila Rica e Canabrava do Norte, no estado de Mato Grosso.

Para cada produtor, foi coletada uma amostra única de 1 litro de leite cru, totalizando cinco amostras, as quais foram acondicionadas em recipientes isotérmicos com adição de gelo, sob controle de temperatura, a fim de preservar suas características físico-químicas até a realização das análises.

Posteriormente, as amostras foram encaminhadas ao Laboratório de Solos do Instituto Federal de Mato Grosso – Campus Confresa, onde foram imediatamente armazenadas sob refrigeração, a uma temperatura máxima de 4 °C. As determinações físico-químicas foram realizadas no mesmo dia da coleta. Cada amostra foi identificada por códigos alfabéticos (A, B, C, D e E), garantindo o anonimato dos produtores e a rastreabilidade dos resultados.

Antes das análises, as amostras foram homogeneizadas e submetidas às seguintes determinações: crioscopia, densidade, acidez titulável (em ácido láctico), pH, umidade, extrato seco total, teor de cinzas, caseína e teste de estabilidade ao alizarol. Além disso, foram realizados ensaios para detecção de adulterações, abrangendo a presença de sacarose, amido, substâncias neutralizantes, peróxido de hidrogênio e ureia. Todas as análises foram conduzidas em triplicata, garantindo maior confiabilidade e precisão dos resultados obtidos.

Acidez em ácido láctico

A análise de acidez é um dos principais parâmetros físico-químicos utilizados para avaliar a qualidade e o estado de conservação do leite, pois reflete tanto a presença natural de ácido láctico quanto alterações decorrentes de atividade microbiana. Conforme a Instrução Normativa nº 76/2018 do MAPA.

Dessa forma, foram transferidos 10 mL das amostras, utilizando pipetas volumétricas, para um erlenmeyer de 125 mL. Em seguida, adicionaram-se 5 gotas da solução de fenolftaleína a 0,1%. A titulação foi realizada com solução de hidróxido de sódio 0,1 mol/L, utilizando uma bureta de 25 mL, até o aparecimento de uma coloração rósea persistente. O valor gasto de NaOH foi anotado e utilizado no cálculo (Vogel, 2014).

A acidez total, expressa em gramas de ácido láctico por 100 mL de leite, foi calculada conforme a seguinte expressão:

$$\% \text{Ácido Láctico} = \frac{V \times f \times 0,9}{P} \times 100$$

Em que:

- V = volume de NaOH 0,1 mol/L gasto na titulação (mL);
- f = fator de correção da solução de NaOH 0,1 mol/L;
- P = volume da amostra de leite utilizada (mL);
- 0,9 = fator de conversão para ácido láctico.

A acidez titulável do leite cru foi interpretada de acordo com os parâmetros de identidade e qualidade estabelecidos pela Instrução Normativa nº 76/2018 do MAPA, que define esse indicador como requisito obrigatório para a avaliação das condições higiênico-sanitárias e da conformidade do produto. Dessa forma, os resultados obtidos foram comparados aos limites e critérios previstos na legislação vigente.

Extrato Seco Total (EST) e Umidade

O extrato seco total (EST) corresponde à soma de todos os constituintes sólidos do leite, incluindo gordura, proteínas, lactose, minerais e vitaminas, enquanto a umidade representa o teor total de água no leite. A determinação desses dois parâmetros foi realizada pelo método gravimétrico, por secagem em estufa (105 °C) até peso constante, conforme metodologia oficial do Instituto Adolfo Lutz (IAL, 2008).

Sendo assim, na análise de extrato seco, a cápsula foi previamente aquecida em estufa marca Odontobrás modelo Estufa EL1.2 a 105 ± 2 °C por 1 hora. Em seguida, a cápsula foi resfriada em dessecador até atingir temperatura ambiente (aproximadamente 30 minutos) e, então, pesada em balança analítica marca URANO modelo UA220/0,0001.

Posteriormente, foram pesados cerca de 5 g de leite cru homogeneizado, na cápsula. A cápsula foi então inclinada para que a amostra se espalhasse uniformemente no fundo. Em seguida, foi levada à chapa aquecedora (agitador magnético com aquecimento marca FISATOM modelo 752A, por 30 minutos, até a formação de um filme de coloração leitosa. Após esse pré-aquecimento, a cápsula foi transferida para estufa a 105 ± 2 °C, onde permaneceu por 3 horas.

Ao término desse período, a cápsula foi retirada da estufa, sendo novamente resfriada em dessecador por, no mínimo, 30 minutos, até atingir temperatura ambiente. Após o resfriamento, realizou-se nova pesagem. Esse processo (aquecimento, resfriamento e pesagem) foi repetido até que a diferença entre duas pesagens consecutivas fosse inferior a 1 mg.

O extrato seco total e a umidade foram calculados segundo as expressões:

$$\% \text{Extrato Seco Total (EST)} = \frac{(P_2 - P_1) \times 100}{P}$$

$$\% \text{Umidade} = 100 - \% \text{Extrato Seco Total}$$

Em que:

- P_1 = massa da cápsula vazia (g);
- P_2 = massa da cápsula com o resíduo seco (g);
- P = massa da amostra de leite utilizada (g).

Os resultados foram expressos em percentual (% m/m) e avaliados conforme os requisitos de identidade e qualidade estabelecidos pela Instrução Normativa nº 76/2018 do MAPA, que define a necessidade de monitoramento do teor de umidade e do extrato seco total como parâmetros físico-químicos obrigatórios para a verificação da conformidade do leite.

Caseína

A determinação do teor de caseína no leite é um dos parâmetros mais relevantes para avaliar sua qualidade nutricional e tecnológica, especialmente em produtos destinados à fabricação de queijos e derivados lácteos. A caseína representa, em média, 80% das proteínas totais do leite, sendo essencial para o rendimento industrial e para a estabilidade coloidal do produto (Fonseca; Santos, 2009).

A determinação da caseína foi realizada por titulação direta, conforme o Método de Walker (IAL, 2008). Para o procedimento, transferiram-se 9 mL de leite para um béquer de 50 mL, utilizando-se uma pipeta graduada. Em seguida, adicionaram-se 3 a 4 gotas de solução de fenolftaleína como indicador e procedeu-se à neutralização com solução de hidróxido de sódio (NaOH) 0,1 mol/L, adicionada gota a gota a partir de uma bureta, até o aparecimento de uma coloração rósea persistente, indicando o ponto de neutralização.

Após essa etapa, adicionaram-se 3 mL de solução de formaldeído e realizou-se uma nova titulação com a mesma solução de NaOH, observando-se cuidadosamente a posição inicial e final do menisco. O volume de NaOH consumido na segunda titulação foi utilizado para o cálculo da porcentagem de caseína presente no leite.

O teor de caseína foi calculado pela seguinte expressão:

$$\% \text{ Caseína} = V \times f \times 1,63$$

Em que:

- V = volume de NaOH 0,1 mol/L gasto na segunda titulação (mL);
- f = fator de correção da solução de NaOH 0,1 mol/L.

A titulação com formaldeído é uma técnica consagrada pela simplicidade e reprodutibilidade, embora apresente limitações em precisão quando comparada a métodos instrumentais modernos, como FTIR (Infravermelho com Transformada de Fourier) e espectrofotometria de absorção no UV-visível (Fernandes *et al.*, 2022). Mesmo assim,

permanece amplamente utilizada em laboratórios de controle de qualidade e ensino técnico, especialmente em análises de triagem.

pH

A determinação do pH foi realizada com o objetivo de avaliar a acidez do leite, parâmetro relacionado à formação de ácido lático e outros metabólitos decorrentes da atividade microbiana durante a estocagem e manipulação do produto. A metodologia empregada seguiu as recomendações do Instituto Adolfo Lutz (IAL, 2008) para análises de produtos lácteos.

Para a execução do ensaio, foram utilizados um pHmetro marca GEHAKA, modelo PG1800, previamente calibrado, um béquer de 50 mL e a amostra de leite cru devidamente homogeneizada. O equipamento foi ligado e mantido em repouso até a estabilização dos parâmetros operacionais. Em seguida, o eletrodo de vidro foi higienizado e calibrado com soluções tampão de pH 4,0 e 7,0, conforme as orientações do fabricante.

Após a calibração, aproximadamente 30 mL da amostra foram transferidos para o béquer, garantindo a completa imersão do eletrodo. A leitura do pH foi realizada somente após a estabilização do valor apresentado no visor digital.

Os resultados obtidos foram avaliados considerando que, conforme a Instrução Normativa nº 76/2018, o leite cru refrigerado deve apresentar características físico-químicas compatíveis com um produto fresco, sem indícios de acidificação anormal ou início de fermentação, assegurando sua conformidade com os padrões de qualidade exigidos.

Análise de alizarol

O teste do Alizarol foi realizado conforme metodologia descrita pelo Instituto Adolfo Lutz (IAL, 2008), visando avaliar a acidez e estabilidade coloidal do leite cru. O princípio baseia-se na reação da solução alcoólica de alizarina com o leite, cuja coloração varia conforme o grau de acidez.

Para o ensaio, 2 mL de leite foram colocados em um tubo de ensaio, aos quais se adicionaram 2 mL da solução de alizarol (68%). Após homogeneização e repouso à temperatura ambiente, observou-se a coloração resultante.

A interpretação foi feita de acordo com o IAL (2008):

- Vermelho-tijolo (sem coagulação): leite normal;
- Vermelho-castanho (coagulação fina): acidez moderada;
- Amarelo (coagulado): acidez elevada;

- Violeta (sem coagulação): leite alcalinizado ou adulterado com água.

Densidade

A determinação da densidade do leite constitui um parâmetro físico-químico essencial para avaliar sua autenticidade e composição, permitindo identificar possíveis adulterações, como adição de água ou remoção de gordura. O ensaio foi realizado utilizando lactodensímetro, com leitura corrigida para a temperatura de referência de 15 °C, conforme recomenda o Instituto Adolfo Lutz (IAL, 2008). De acordo com os padrões físico-químicos adotados pelo Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA), a densidade do leite cru deve situar-se entre 1,028 e 1,034 g/mL a 15 °C, sendo valores fora desse intervalo indicativos de fraude ou alterações em sua composição natural.

Para a análise, aproximadamente 500 mL de leite cru foram transferidos para uma proveta, evitando formação de espuma e incorporação de ar. O lactodensímetro (marca INCOTERM, modelo 01.5783) foi inserido cuidadosamente na amostra, permanecendo em equilíbrio sem tocar as paredes da proveta. Após estabilização, ergueu-se o aparelho, secou-se a haste com papel absorvente e retornou-se o instrumento à posição de leitura. A densidade foi registrada no ponto superior do menisco, corrigindo-se o valor obtido conforme a diferença entre a temperatura da amostra e os 15 °C padrão, aplicando-se o fator de 0,2°D por grau de variação.

Análise do índice crioscópico

O índice crioscópico do leite corresponde à temperatura de congelamento da amostra e é um parâmetro utilizado para avaliar a composição e a pureza do produto. Esse ensaio permite detectar adulterações, como a adição de água, pois qualquer alteração na concentração de sólidos solúveis modifica o ponto de congelamento natural do leite (Silva *et al.*, 2020).

Para a análise do índice crioscópico, utilizou-se o equipamento crioscópio marca ITR modelo CRIOSCOPIO MK540 FLEX II, pipetaram-se 2,5 mL da amostra de leite em cubetas, realizando o ensaio em triplicata. O mesmo procedimento foi repetido para cada solução padrão e para a água destilada. Em seguida, todas as cubetas foram acondicionadas em geladeira por aproximadamente 1 hora, a fim de igualar a temperatura das amostras.

Posteriormente, iniciou-se a calibração do equipamento utilizando o primeiro tubo com água destilada, seguido pela cubeta contendo a solução padrão de -0,621 °H. Na sequência, a leitura foi conferida com o padrão intermediário de -0,530 °H, após o que procedeu-se à análise das amostras.

As leituras obtidas das três repetições foram utilizadas para o cálculo da média aritmética, e os resultados foram expressos com três casas decimais.

O equipamento fornece o índice crioscópico na escala Hortvet (°H), padrão adotado internacionalmente para expressar este tipo de resultado. A equivalência entre as escalas Hortvet (°H) e Celsius (°C) é dada pelas seguintes fórmulas:

- $T (^{\circ}\text{C}) = 0,9656 \times T (^{\circ}\text{H})$
- $T (^{\circ}\text{H}) = 1,0356 \times T (^{\circ}\text{C})$

De acordo com a legislação brasileira, o ponto de congelamento máximo permitido para o leite é de $-0,530^{\circ}\text{H}$, o que equivale a $-0,512^{\circ}\text{C}$.

Cinzas

A determinação do teor de cinzas foi realizada com base na metodologia oficial do Instituto Adolfo Lutz (IAL, 2008), com o objetivo de quantificar o resíduo mineral fixo presente no leite cru após a completa eliminação da matéria orgânica. Essa análise permite estimar o conteúdo total de sais minerais como parâmetro adicional de qualidade do produto, embora não seja exigido pela Instrução Normativa nº 76/2018 do MAPA, que define os parâmetros físico-químicos obrigatórios para o leite cru refrigerado.

Para o ensaio, 5 g da amostra de leite cru previamente homogeneizada foram transferidos para um cadinho de porcelana previamente calcinado, resfriado em dessecador e tarado. A amostra foi aquecida lentamente em chapa aquecedora (FISATOM, modelo 752A) até cessar a liberação de vapores e ocorrer o escurecimento inicial da matéria. Em seguida, o cadinho foi colocado em mufla (ZEZIMAQ, modelo 2000G) a $550 \pm 10^{\circ}\text{C}$ até obtenção de resíduo branco ou levemente acinzentado, indicando a completa incineração da matéria orgânica.

Após o processo, o cadinho foi resfriado em dessecador até atingir temperatura ambiente e novamente pesado. O ciclo de calcinação, resfriamento e pesagem foi repetido até obtenção de massa constante, garantindo precisão e confiabilidade nos resultados.

O teor de cinzas foi calculado segundo a expressão:

$$\% \text{Cinzas} = \frac{(P_2 - P_1) \times 100}{P}$$

Em que:

- P_1 = massa do cadinho vazio (g);
- P_2 = massa do cadinho com as cinzas (g);
- P = massa da amostra de leite utilizada (g).

Detecção de adulterantes

A detecção de adulterantes no leite cru foi realizada utilizando-se o kit comercial de tiras reativas da marca TexTech, desenvolvido para identificar a presença de amido, sacarose, ureia, neutralizantes e peróxido de hidrogênio em amostras in natura. O método consiste em uma reação colorimétrica direta, na qual a alteração da coloração da tira indica a presença do adulterante específico, permitindo uma triagem rápida e qualitativa.

Para a análise, uma tira reativa foi imersa na amostra de leite cru previamente homogeneizada e mantida em contato com a amostra por 60 a 90 segundos, conforme as instruções do fabricante. Em seguida, a coloração resultante foi comparada com a escala de cores fornecida na embalagem do kit, possibilitando a interpretação da presença ou ausência de cada adulterante.

O kit possui sensibilidade para:

- Amido e sacarose: verificação de adição de carboidratos para aumento artificial do extrato seco;
- Ureia, neutralizantes e soda: detecção de adição de substâncias para mascarar acidez ou adulterar propriedades físico-químicas do leite;
- Peróxido de hidrogênio: identificação de adição para conservação ou branqueamento do leite.

O método é qualitativo, fornecendo apenas a indicação de presença ou ausência dos adulterantes, e é compatível com a norma do IAL (2008) para triagem de fraudes em leite cru refrigerado.

Análise estatística dos dados

Os dados obtidos nas análises físico-químicas do leite cru foram tratados estatisticamente, para comparação entre os resultados dos grupos. Inicialmente, foram calculadas a média aritmética e o desvio padrão de todas as variáveis analisadas, permitindo a caracterização quantitativa das amostras.

Para verificar a homogeneidade da variância, foi aplicado o teste de Levene, que indicou que os dados eram homogêneos. A normalidade da distribuição das variáveis foi avaliada pelo teste de Shapiro-Wilk, evidenciando que os dados seguiam distribuição normal.

Com base nesses resultados, procedeu-se à análise comparativa entre grupos utilizando o teste de Tukey, considerando nível de significância de 5% ($p < 0,05$) para identificação de diferenças estatisticamente significativas.

O teste de Tukey foi utilizado por se tratar de um método apropriado para comparações múltiplas entre um número reduzido de grupos, especialmente quando os pressupostos de normalidade e homogeneidade das variâncias são atendidos.

Todos os procedimentos estatísticos foram realizados utilizando o programa Jamovi, versão 2.7.8 (2025), garantindo a precisão e confiabilidade das análises.

3 Resultados e Discussão

Análises físico-químicas quantitativas

A Tabela 1 apresenta os resultados obtidos das análises físico-químicas quantitativas, das 5 amostras de leite cru produzidas e comercializadas na região do Araguaia/Xingu, em Mato Grosso.

Tabela 1. Valores médios e desvio padrão das análises de Acidez (em ácido láctico), Extrato Seco Total (EST), Umidade, Crioscopia, densidade, pH, Caseína e Cinzas dos cinco produtores de leite cru da região do Araguaia/Xingu.

PRODUTOR	A	B	C	D	E
ACIDEZ (% em ácido láctico)	0,17±0,01 ^b	0,16± 0,01 ^b	0,16 ± 0,00 ^b	0,20 ±0,01 ^a	0,21±0,01 ^a
Extrato Seco Total (%)	11,15±0,30 ^c	13,62±0,11 ^a	9,72 ±0,07 ^d	10,09±0,12 ^d	11,84±0,17 ^b
Umidade (%)	88,9±0,30 ^b	86,4±0,11 ^d	90,3 ±0,07 ^a	89,9 ±0,12 ^a	88,2±0,17 ^c
Cinzas (%)	0,69±0,02 ^{ab}	0,69±0,01 ^{ab}	0,72 ±0,02 ^a	0,67± 0,01 ^b	0,68±0,01 ^{ab}
Caseína (%)	3,15±0,09 ^a	2,88±0,09 ^{ab}	3,10±0,16 ^{ab}	2,77±0,16 ^b	3,04±0,09 ^{ab}
Densidade (g/mL)	1,033±0,01 ^{ab}	1,033±0,00 ^a	1,032±0,01 ^{bc}	1,032±0,00 ^c	1,033±0,01 ^{ab}
Crioscopia (°C)	-0,532±0,01 ^{bc}	-0,534±0,01 ^c	-0,524±0,01 ^a	-0,522±0,01 ^a	-0,530±0,01 ^b
pH	6,47±0,05 ^a	6,48±0,02 ^a	6,34±0,02 ^a	6,10±0,08 ^b	6,19±0,05 ^b

^{a,b,c,d} letras iguais indicam que não há diferença estatística significativa entre as amostras, ao nível de 5% (Teste de Tukey).

O pH e a acidez titulável são parâmetros fundamentais para a avaliação do frescor e da estabilidade do leite, refletindo diretamente seu estado de conservação e a atividade microbiana. Valores fora dos padrões de qualidade podem indicar processos de fermentação ou degradação microbiológica. Conforme a Instrução Normativa nº 76/2018 do MAPA, o leite cru refrigerado deve apresentar características físico-químicas compatíveis com um produto fresco, mantendo a integridade e a segurança do alimento.

Conforme apresentado na Tabela 1, os produtos A, B e C apresentaram valores de acidez próximos entre si, sem diferença estatística significativa ao nível de 5%, indicando condições relativamente estáveis de conservação. A acidez titulável é um dos principais indicadores da qualidade do leite, refletindo seu estado de conservação e possíveis alterações microbiológicas. O leite deve apresentar acidez entre 0,14 e 0,18 g de ácido lático por 100 mL, faixa considerada adequada para produtos estáveis e sem sinais de deterioração resultados semelhantes foram observados no estudo de Vesconsi *et al.* (2012), que avaliou leites UHT e destacou que as amostras analisadas mantiveram acidez dentro do intervalo legal, demonstrando conformidade e boa conservação do produto. Tais evidências reforçam que valores dentro desse limite indicam manutenção da qualidade e ausência de fermentação indesejada.

Esses resultados refletem a variabilidade entre produtores e possíveis diferenças nos fatores de manejo e armazenamento do leite cru, permitindo avaliar sua qualidade e frescor, em conformidade com os parâmetros de identidade e qualidade estabelecidos pela Instrução Normativa nº 76/2018 do MAPA.

Essa tendência foi confirmada pelas medições de pH, que apresentaram valores mais baixos para as amostras D e E, evidenciando a fermentação da lactose por microrganismos e consequente formação de ácido lático. Esses resultados indicam possível deterioração parcial do leite nas referidas amostras, sugerindo falhas no resfriamento ou no tempo de estocagem.

A crioscopia é uma técnica utilizada para a determinação do ponto de congelamento do leite, sendo um parâmetro físico-químico relevante na identificação de possíveis adulterações, especialmente a adição de água. O leite bovino in natura apresenta, em condições normais, ponto de congelamento característico em torno de $-0,530$ °C. Valores mais próximos de zero sugerem diluição por água, enquanto valores mais baixos podem estar relacionados ao aumento da concentração de sais e sólidos totais, decorrente da evaporação de água ou da adição de substâncias solúveis (BRASIL, 2018).

Os resultados obtidos, apresentados na Tabela 1, corroboram os achados de Souza *et al.* (2019), que destacam a crioscopia como um dos métodos mais sensíveis para a detecção da adição de água, sobretudo quando associada às análises de extrato seco total (EST), umidade e densidade, reforçando sua importância na avaliação da qualidade do leite cru. Nesse contexto, as amostras dos produtores C ($-0,524$ °C) e D ($-0,522$ °C) diferenciaram-se estatisticamente das demais ao nível de 5%, sugerindo possível adição de água ao leite.

A densidade, o extrato seco total (EST) e a umidade são parâmetros físico-químicos inter-relacionados e fundamentais para a avaliação da composição e qualidade do leite. O EST corresponde ao resíduo obtido após a secagem da amostra e representa a soma de todos os sólidos do leite, tais como, gordura, proteínas, lactose e minerais, enquanto a umidade expressa o teor de água, funcionando como o complemento do EST. Por outro lado, a densidade reflete a concentração desses sólidos e deve manter relação direta com o conteúdo de matéria seca presente no leite.

De acordo com a legislação vigente, a densidade do leite corrigida para 15 °C deve situar-se entre 1,029 g/mL e 1,034 g/mL, intervalo no qual se enquadraram todas as amostras analisadas, indicando conformidade quanto a esse parâmetro. Entretanto, o extrato seco total mostrou-se mais sensível na identificação de variações de composição. O valor mínimo de EST para o leite bovino integral deve ser de 11,4 g/100 mL (BRASIL, 2018).

Entre as amostras analisadas, o Produto B apresentou a maior média de EST, evidenciando maior concentração de sólidos e menor teor de umidade. Em contrapartida, as amostras C e D apresentaram valores de EST significativamente inferiores ao limite estabelecido, acompanhados de elevadas porcentagens de umidade. Esses resultados indicam diluição do leite com água, fato que também foi corroborado pelos valores de crioscopia, reforçando a evidência de fraude por adição de água nessas amostras (BRASIL, 2018).

A determinação das cinzas totais permite quantificar os sais minerais presentes no leite, correspondendo ao resíduo inorgânico obtido após a incineração da amostra em mufla. Esse parâmetro está diretamente relacionado ao teor de sólidos totais e à qualidade nutricional do produto. Valores normais de cinzas em leite bovino in natura situam-se entre 0,65% e 0,75% (Brasil, 2018; Souza *et al.*, 2019). A matéria mineral constitui um importante indicador de qualidade e pode ser influenciada por fatores como a alimentação do animal, bem como pela possível adição de neutralizantes.

Conforme apresentado na Tabela 1, todas as amostras de leite cru analisadas apresentaram resultados dentro do intervalo esperado, evidenciando composição mineral adequada e ausência de contaminação inorgânica significativa. Observou-se, entretanto, que a

amostra do produtor C apresentou diferença estatisticamente significativa ($\alpha = 0,05$) em relação às demais, valor este ainda compatível com o padrão de qualidade adotado.

Conforme Nawaz *et al.* (2022) valores de cinzas acima de 0,80% podem estar associados à adição intencional de sais alcalinos ou ao armazenamento inadequado, que favorece a evaporação parcial de água e concentra os minerais. Nesse contexto, a análise das cinzas totais, quando correlacionada com os demais parâmetros físico-químicos, constitui um indicador complementar relevante para o diagnóstico de fraudes e para a avaliação da qualidade nutricional do leite cru. Ressalta-se, entretanto, que nenhuma das amostras analisadas apresentou percentual de cinzas acima do limite citado, evidenciando a integridade e a adequada composição mineral do leite estudado.

A determinação do teor da caseína no leite é um dos parâmetros mais relevantes para avaliar sua qualidade nutricional e tecnológica, especialmente em produtos destinados à fabricação de queijos e derivados lácteos. A caseína representa, em média, 80% das proteínas totais do leite, sendo essencial para o rendimento industrial e para a estabilidade coloidal do produto (Fonseca; Santos, 2009).

Os resultados obtidos nesse estudo, interpretados à luz dos parâmetros estabelecidos por Fonseca e Santos (2009), indicam que a determinação do teor de caseína permite inferir a integridade proteica do leite cru e a adequação à produção de derivados, contribuindo para a verificação da qualidade tecnológica e nutricional das amostras analisadas. Assim, a avaliação da caseína é indispensável para complementar os demais testes físico-químicos, microbiológicos e antifraude, fortalecendo o controle de qualidade da produção leiteira regional.

Em condições normais, o leite bovino apresenta teor mínimo de caseína entre 2,4% e 2,9% (Franzoi *et al.*, 2019). Valores abaixo desse intervalo podem indicar diluição do produto, carências nutricionais na alimentação das vacas, presença de colostro ou adulterações. Porém, concentrações superiores podem estar relacionadas à perda de água por evaporação ou a modificações nas proteínas provocadas por armazenamentos inadequados (Tronco, 2013; Brito *et al.*, 2020).

Assim, conforme apresentado na Tabela 1, os resultados dos teores de caseína (%) nas amostras de leite mostram que os produtores A, C e E apresentaram valores acima da faixa média recomendada, o que pode indicar maior concentração proteica resultante de evaporação, variações na composição do leite ou falhas nas condições de estocagem.

Resultados obtidos dos testes qualitativos

A Tabela 2 apresenta os resultados dos 5 produtores de leite, na região do Araguaia-Xingu, em relação aos testes qualitativos de Alizarol, assim como a detecção de substâncias adulterantes, incluindo neutralizantes, peróxido de hidrogênio, ureia, amido e sacarose, cuja presença caracteriza fraude e compromete a qualidade do leite.

Tabela 2. Dados obtidos nas análises qualitativas de Alizarol, Neutralizantes, Peróxido de Hidrogênio, Ureia, Sacarose e Amido dos cinco produtores de leite cru da região do Araguaia/Xingu.

PRODUTOR	A	B	C	D	E
Alizarol	VERMELHO TIJOLO	VERMELHO TIJOLO	VERMELHO TIJOLO	VERMELHO TIJOLO	VERMELHO TIJOLO
Neutralizantes	0,03%	NEGATIVO	0,03%	NEGATIVO	NEGATIVO
Peróxido de Hidrogênio	NEGATIVO	NEGATIVO	NEGATIVO	NEGATIVO	NEGATIVO
Ureia	NEGATIVO	NEGATIVO	NEGATIVO	NEGATIVO	NEGATIVO
Amido	NEGATIVO	NEGATIVO	NEGATIVO	NEGATIVO	NEGATIVO
Sacarose	NEGATIVO	NEGATIVO	NEGATIVO	NEGATIVO	NEGATIVO

Os resultados apresentados na Tabela 2 demonstram que os testes qualitativos foram essenciais para a avaliação da integridade e da pureza do leite cru proveniente dos cinco produtores da região do Araguaia/Xingu. O teste do Alizarol indicou coloração vermelho-tijolo em todas as amostras, evidenciando adequada estabilidade proteica e acidez dentro dos padrões aceitáveis, sem indícios de fermentação acentuada.

Em relação à detecção de neutralizantes, observou-se resultado positivo (0,03%) nas amostras dos produtores A e C, enquanto as demais apresentaram ausência dessa substância. A presença de neutralizantes pode estar associada ao uso de compostos alcalinos com o intuito de corrigir o pH do leite, prática proibida pela Instrução Normativa nº 76/2018 do MAPA, por alterar as propriedades físico-químicas e comprometer a segurança e o valor tecnológico do produto.

Entretanto, a interpretação desse achado deve ser cautelosa, uma vez que a literatura descreve interferências não intencionais relacionadas ao manejo sanitário do rebanho, como resíduos de produtos alcalinos utilizados no tratamento de mastite ou na higienização dos tetos, que podem influenciar o pH do leite sem caracterizar fraude deliberada. Assim, a confirmação de adulteração requer análises complementares e avaliação dos procedimentos de ordenha e limpeza.

A análise integrada dos parâmetros físico-químicos reforça essa abordagem cautelosa, especialmente quando considerados os resultados de caseína em associação com o extrato seco total (EST), umidade e crioscopia. A manutenção de valores coerentes entre esses indicadores sugere equilíbrio da fração proteica e dos sólidos do leite, contribuindo para uma interpretação mais consistente da qualidade do produto.

Os testes para peróxido de hidrogênio, ureia e amido apresentaram resultados negativos em todas as amostras, indicando ausência de conservantes artificiais e de substâncias utilizadas para mascarar o teor proteico ou aumentar o volume do leite. Esses achados corroboram estudos de Gondim (2016) e Santos et al. (2019), que destacam a eficácia dos métodos clássicos na detecção de adulterantes.

Dessa forma, embora a maioria das amostras apresente conformidade com os padrões de qualidade, a ocorrência pontual de resultados sugestivos de neutralização reforça a necessidade de monitoramento contínuo e de ensaios confirmatórios quantitativos, assegurando a proteção do consumidor e a credibilidade da cadeia produtiva.

4 Considerações

A avaliação físico-química do leite cru comercializado na região do Araguaia/Xingu evidenciou variações entre as amostras analisadas, destacando a relevância de parâmetros como pH, acidez titulável, densidade, extrato seco total (EST) e índice crioscópico na verificação da integridade do produto. De modo geral, observou-se que parte das amostras atendeu aos padrões estabelecidos pela Instrução Normativa nº 76/2018 do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento, enquanto outras apresentaram inconformidades associadas tanto a possíveis práticas de adulteração quanto ao início de alterações decorrentes da atividade microbiana.

Esses resultados indicam que a qualidade físico-química do leite cru na região é heterogênea, refletindo limitações na padronização das práticas de ordenha, resfriamento e manejo, bem como a necessidade de maior acompanhamento técnico e fiscalização. Nesse contexto, reforça-se a importância da implementação de programas de capacitação continuada para os produtores, aliada ao monitoramento laboratorial periódico, como estratégia para assegurar a conformidade legal e a segurança do consumidor.

Recomenda-se, ainda, que estudos futuros ampliem o número de amostras avaliadas e incorporem análises microbiológicas, de modo a proporcionar uma avaliação mais abrangente da qualidade do leite cru e do risco sanitário associado à sua comercialização.

Referências

- ALVES, C. C.; SILVA, C. C. da; LOPES, R. A. F.; STEFFENS, A. P.; ASSIS, F. G. D. V. de; LEAL, P. L. Qualidade físico-química e microbiológica de leite cru refrigerado na Região Sudoeste da Bahia. **SaBios-Revista de Saúde e Biologia**, v. 18, n. 1, p. 1-8, 2023. <https://doi.org/10.54372/sb.2023.v18.3254>
- BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. **Instrução Normativa nº 76, de 26 de novembro de 2018**. Diário Oficial da União, Brasília, 30 nov. 2018. Disponível em: https://www.in.gov.br/materia/-/asset_publisher/Kujrw0TZC2Mb/content/id/52750137/do1-2018-11-30-instrucao-normativa-n-76-de-26-de-novembro-de-2018-52749894IN%2076. Acesso em: 20 outubro. 2025.
- BRITO, J. R. F. et al. **Tecnologia de produtos lácteos**. 2. ed. Rio de Janeiro: Elsevier, 2020.
- FONSECA, L. F. L.; SANTOS, M. V. **Qualidade do leite e controle de mastite**. São Paulo: Lemos Editorial, 2009.
- FRANZOI, M.; NIERO, G.; VISENTIN, G.; PENASA, M.; CASSANDRO, M.; MARCHI, M de. Variation of detailed protein composition of cow milk predicted from a large database of mid-infrared spectra. **Animals**, v. 9, n. 4, p. 176, 2019. <https://doi.org/10.3390/ani9040176>
- GONDIM, C. S. **Métodos qualitativos para detecção de adulterantes em leite cru: validação intra e interlaboratorial**. 2016. 245f. Tese de Doutorado (Doutorado em Ciências de Alimentos). Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, Minas Gerais. Disponível em: <https://repositorio.ufmg.br/items/d282ab1c-baa6-4320-aded-df2bd235e9c4>. Acesso em: 17 outubro. 2025.
- INSTITUTO ADOLFO LUTZ (IAL). **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. 4. ed. São Paulo: IAL, 2008.
- JAMOVI. The jamovi project (Version 2.7.8). Sydney: jamovi, 2025. Disponível em: <https://www.jamovi.org> Acesso em: 5 novembro. 2025.
- MOURA, R.; SOUSA, J.; FERREIRA, R.; RIZZATTI, I. Análise físico-química e microbiológica do leite cru comercializado em Roraima. **Boletim do Museu Integrado de Roraima (Online)**, v. 11, n. 2, p. 29-38, 2017. <https://doi.org/10.24979/bolmirr.v11i02.796>
- NAWAZ, T.; REHMAN, Z. U.; ULLAH, R.; AHMED, N.; SAYED, S. M. Physicochemical and adulteration study of fresh milk collected from different locations in Pakistan. **Saudi Journal of Biological Sciences**, v. 29, n. 12, p. 103449, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.sjbs.2022.103449>
- OGOLA, P. A.; NGESA, F.; MAKANJI, D. L. Influence of access to extension services on milk productivity among smallholder dairy farmers in Njoro Sub-County, Nakuru County, Kenya. **Heliyon**, v. 9, n. 9, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2023.e20210>
- ROCHA, V. G.; GUEDES, G. G.; DANTAS FILHO, J. V.; OLIVEIRA, A. V. D. de; GASPAROTTO, P. H. G.; CAVALI, J.; PONTUSCHKA, R. B. Physicochemical and microbiological quality of refrigerated raw bovine milk commercialized in Presidente Médici,

Rondônia state, Western Amazon, Brazil. **Acta Veterinaria Brasilica**, v. 17, n. 1, p. 53-61, 2023. <https://doi.org/10.21708/avb.2023.17.1.11343>

SAJI, R.; RAMANI, A.; GANDHI, K.; SETH, R.; SHARMA, R. Application of FTIR spectroscopy in dairy products: A systematic review. **Food and Humanity**, v. 2, n. 1, p. 100239, 2024. <https://doi.org/10.1016/j.foohum.2024.100239>

SANTOMAURO, R. A.; MANCUSO, P. S.; SAMPAIO, A. N. D. C. E.; CÉZAR, C. K. C.; CARON, E. F. F.; POSSEBON, F. S.; MARTINS, O. A. Colligative property of cryometry in milk. **Food Science and Technology**, v. 44, n. 1 p. e00382, 2024. <https://doi.org/10.5327/fst.00382%20>

SANTOS, V. C.; RIBEIRO, D. C. S. Z.; FONSECA, L. M. “Ocorrência de não conformidades físico-químicas e microbiológicas em leite e derivados no estado de Minas Gerais, no período de 2011 a 2015.” **Arquivo Brasileiro de Medicina Veterinária e Zootecnia**, v. 71, n. 6, p. 1682–1690, 2019. <https://doi.org/10.1590/1678-4162-11079>

SOUSA, A. K. A.; COSTA, D. D. S.; SERRA, S.; JESUS, G. D. S. de; GUIMARÃES, B. R. R.; FALCÃO, M. D. A.; BEZERRA, N. P. C. Qualidade físico-química do leite cru refrigerado fornecido a agroindústria sob serviço de inspeção estadual no estado do Maranhão. In: **Avanços em ciência e tecnologia de alimentos**. Editora Científica Digital, 2022. p. 373-387.

Disponível em: <https://downloads.editoracientifica.com.br/articles/220207700.pdf>. Acesso em: 22 outubro. 2025.

SOUZA, C. A de. **Relatório de estágio: manejo de ordenha e qualidade do leite**. 2019. 32f. Trabalho de conclusão de curso. (Bacharelado em Zootecnia) Instituto Federal Goiano, Rio Verde, GO. Disponível em: <https://repositorio.ifgoiano.edu.br/handle/prefix/1551>. Acesso em: 14 outubro. 2025.

TRONCO, V. **Manual para inspeção da qualidade do leite**. 3. ed. Santa Maria: UFSM, 2013.

VESCONSI, C. N., VALDUGA, A. T., CICHOSKI, A. J. Sedimentação em leite UHT integral, semidesnatado e desnatado durante armazenamento. **Ciência Rural**, v. 42, n. 4, p. 730-736, 2012. <https://doi.org/10.1590/S0103-84782012000400026>

VOGEL, A. I. **Análise química quantitativa**. 6. ed. São Paulo: LTC, 2014.