



UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA
FACULDADE DE AGRONOMIA E MEDICINA VETERINÁRIA

Isabel Cristina de Almeida Brum

**AVALIAÇÃO DO DESEMPENHO DO SISTEMA ULTRASSOM NA
DETERMINAÇÃO DE PARÂMETROS FÍSICOS QUÍMICOS DO LEITE**

**Monografia apresentada para a conclusão
do Curso de Medicina Veterinária da
Faculdade de Agronomia e Medicina
Veterinária da Universidade de Brasília**

Brasília DF

2014



UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA
FACULDADE DE AGRONOMIA E MEDICINA VETERINÁRIA

Isabel Cristina de Almeida Brum

**AVALIAÇÃO DO DESEMPENHO DO SISTEMA ULTRASSOM NA
DETERMINAÇÃO DE PARÂMETROS FÍSICOS QUÍMICOS DO LEITE**

Monografia apresentada para a conclusão do
Curso de Medicina Veterinária da Faculdade de
Agronomia e Medicina Veterinária da
Universidade de Brasília

Orientadora:
Márcia de Aguiar Ferreira

Brasília DF
2014

Brum, Isabel Cristina de Almeida

Avaliação do desempenho do sistema ultrassom na determinação de parâmetros físicos químicos do leite / Isabel Cristina de Almeida Brum; orientação de Márcia de Aguiar Ferreira. – Brasília, 2014.

39 p. : il.

Monografia – Universidade de Brasília / Faculdade de Agronomia e Medicina Veterinária, 2014.

1. Ekomilk. 2. Análise do leite. 3. Sólidos não gordurosos. 4. Proteína. 5. Lactose I. Ferreira, M. A. II. Título.

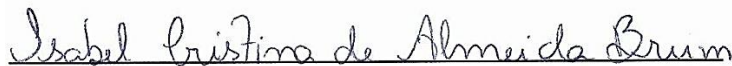
CESSÃO DE DIREITOS

Nome do Autor: Isabel Cristina de Almeida Brum

Título da Monografia de Conclusão de Curso: Avaliação do desempenho do sistema ultrassom na determinação de parâmetros físicos químicos do leite

Ano: 2014

É concedida à Universidade de Brasília permissão para reproduzir cópias desta monografia e para emprestar ou vender tais cópias somente para propósitos acadêmicos e científicos. O autor reserva-se a outros direitos de publicação e nenhuma parte desta monografia pode ser reproduzida sem a autorização por escrito do autor.



Isabel Cristina de Almeida Brum

isabelcristina3000@hotmail.com

FOLHA DE APROVAÇÃO

Nome do autor: BRUM, Isabel Cristina de Almeida

Título: Avaliação do desempenho do sistema ultrassom na determinação de parâmetros físicos químicos do leite

Monografia de conclusão do Curso de Medicina Veterinária apresentada à Faculdade de Agronomia e Medicina Veterinária da Universidade de Brasília

Aprovado em: 11/12/2014

Banca Examinadora

Prof. Dr. Márcia de Aguiar Ferreira

Julgamento: APROVADA

Instituição: Universidade de Brasília

Assinatura: 

Prof. PhD Vitor Salvador Picão Gonçalves

Julgamento: APROVADA

Instituição: Universidade de Brasília

Assinatura: 

M.V. Clóvis Augusto Versalli Serafini

Julgamento: APROVADA

Instituição: Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento

Assinatura: 

Dedico este trabalho aos meus pais e minha irmã, que criaram a oportunidade para que eu chegasse até aqui, sempre ao meu lado me guiando e apoiando, com carinho e sabedoria.

AGRADECIMENTOS

Agradeço aos meus familiares, em especial à minha mãe, que me deu conselhos, suporte e esteve ao meu lado o tempo todo. Sem ela não chegaria tão longe.

Aos amigos que fiz e levarei para vida e aos colegas que encontrei no caminho. Recebi favores, caronas, companhia nos estudos, nas refeições... O tempo que passei com eles é inesquecível.

Aos professores da Universidade de Brasília com quem tive a oportunidade de ter aula e aos funcionários da Faculdade de Agronomia e Medicina Veterinária, especialmente do Laboratório de Análise do Leite e Derivados e da Epidemiologia, dos quais recebi muita ajuda para completar este trabalho, e do Laboratório de Microbiologia de Alimentos. Foram essenciais para a minha formação, passando não só conteúdo, mas dividindo experiências e se disponibilizando para tirar dúvidas.

À Professora Márcia, que aceitou me guiar nesta reta final, sempre disposta a ajudar com muita calma, carinho, eficiência e paciência. Não tenho palavras para agradecer tamanho cuidado.

Aos Laticínios Araguaia, que me aceitaram em seu ambiente e me deram a oportunidade de ver e aprender muitas coisas na prática, o que vai fazer toda a diferença para minha vida profissional. Foi um prazer.

Aos animais, que fazem um curso de Medicina Veterinária completo. Passaram pelas minhas mãos inexperientes para receber meu auxílio e me ajudaram a aprender, e graças a isto poderei salvar outras vidas.

Todos estes indivíduos fizeram minha vida universitária completa.

RESUMO

BRUM, I. C. A. Avaliação do desempenho do sistema ultrassom na determinação de parâmetros físicos químicos do leite. 2014. 39 p. Monografia (Conclusão do curso de Medicina Veterinária) – Faculdade de Agronomia e Medicina Veterinária, Universidade de Brasília, Brasília, DF.

A manutenção das características do leite, assim como a sua inocuidade e seu valor nutricional, são tópicos de preocupação tanto para a indústria quanto para os órgãos reguladores. Para o controle de qualidade do leite, diversos equipamentos são capazes de medir diversos parâmetros rapidamente e, de acordo com os fabricantes, com altos níveis de eficiência. O objetivo deste trabalho foi testar a eficiência do Ekomilk[®] Total, um analisador multiparâmetro que usa a tecnologia do ultrassom, na determinação dos teores de componentes do leite de vaca. No primeiro experimento, avaliou-se a sua capacidade de detecção de fraude por adição de água ao leite em comparação com o método de determinação do ponto de congelamento. Foram realizadas repetições com leite cru comprovadamente sem adição de água (n=100), com 1% (n=100) e com 10% (n=100) de água adicionada. Os resultados obtidos demonstraram que o Ekomilk[®] Total não foi capaz de detectar a adição de água em nenhuma das amostras fraudadas (n=200) e apresentou resultados discrepantes nas análises das amostras não fraudadas (n=100). O segundo experimento avaliou a ocorrência de alterações nos resultados fornecidos pelo Ekomilk[®], dos teores de gordura, sólidos não gordurosos, proteína e lactose em leite cru e pasteurizado quando as amostras eram analisadas em diferentes temperaturas, porém dentro do intervalo informado pelo fabricante. As temperaturas selecionadas foram: 15°C, 20°C, 25°C, 30°C e 35°C sendo realizadas 20 repetições para cada uma, totalizando 200 repetições (100 com leite cru e 100 com leite pasteurizado). Os resultados indicaram que os parâmetros avaliados se mostraram pouco afetados pela variação de temperatura, observando-se uma tendência de diminuição dos teores quando a temperatura das amostras era mais elevada, em especial para o leite pasteurizado. A partir dessa pesquisa foi possível concluir que o método por ultrassom não possui precisão na determinação do índice crioscópico do leite e que a temperatura da amostra não parece interferir de forma significativa nos

resultados dos teores dos principais parâmetros utilizados no controle de qualidade do leite.

Palavras-chave: Ekomilk; Análise de Leite; Sólidos Não Gordurosos; Proteína; Lactose.

ABSTRACT

BRUM, I. C. A. Ultrasound system performance evaluation for determining milk's physical chemical parameters. 2014. 39 p. Monografia (Conclusão do curso de Medicina Veterinária) – Faculdade de Agronomia e Medicina Veterinária, Universidade de Brasília, Brasília, DF.

The maintenance of milk's characteristics, as well as their safety and nutritional value, are topics of concern both for the industry and for regulators. For quality control of milk, various equipment can measure various parameters quickly and, according to the manufacturers, with high levels of efficiency. The objective of this study was to test the Ekomilk® Total efficiency, multi-parameter analyzer that uses ultrasound technology in determining the levels of cow's milk components. In the first experiment, we evaluated its fraud detection capability by adding water in milk compared to the method for determining the freezing point. Replicates were performed with raw milk proven without the addition of water (n = 100), 1% (n = 100) and 10% (n = 100) of added water. The results showed that Ekomilk® Total was not able to detect the addition of water in either rigged samples (n = 200) and showed conflicting results on analysis of non-fraudulent samples (n = 100). The second experiment evaluated the occurrence of changes in results provided by Ekomilk® of the fat, solids nonfat, protein and lactose in raw and pasteurized milk samples analyzed when at different temperatures, but within the range reported by the manufacturer. The temperatures selected were 15°C, 20°C, 25°C, 30°C and 35°C, held 20 repetitions each, totaling 200 repeats (100 with raw milk and 100 with pasteurized milk). The results indicated that the evaluated parameters showed somewhat affected by temperature variation, observing a trend of decreasing levels when the temperature of the samples was higher, in particular to pasteurized milk. From this research it was concluded that the method by ultrasound does not show precision in determination of cryoscopic index of milk and that the sample's temperature does not appear to interfere significantly in the results of the main parameters' levels used in the quality control of milk.

Keywords: Ekomilk; Milk Analysis; Solids Non Fat; Protein; Lactose.

SUMÁRIO

INTRODUÇÃO	10
PRIMEIRO EXPERIMENTO.....	13
1 OBJETIVOS.....	13
2 MATERIAIS E MÉTODOS	13
3 RESULTADOS E DISCUSSÃO	14
4 CONCLUSÃO	16
SEGUNDO EXPERIMENTO	17
1 OBJETIVOS.....	17
2 MATERIAIS E MÉTODOS	17
3 RESULTADOS E DISCUSSÃO	17
4 CONCLUSÃO	21
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	22
ANEXOS	24

INTRODUÇÃO

O leite, de acordo com as legislações vigentes, é “o produto oriundo da ordenha completa e ininterrupta, em condições de higiene, de vacas sadias, bem alimentadas e descansadas” (BRASIL, 2011; BRASIL 1952) Seu consumo é recomendado por especialistas por conter em sua composição muitos dos nutrientes necessários à boa alimentação, tais como proteína, gorduras, minerais e açúcares (ASSIS et al, 2007, citado por VASCONCELLOS, 2009).

De acordo com dados do Instituto Brasileiro de Geografia Estatística a industrialização do leite no primeiro semestre de 2014 cresceu 8,6% no Brasil comparada com o mesmo período de 2013, totalizando 11,9 bilhões de litros industrializados. Entretanto, esta tendência não tem sido observada no Distrito Federal (DF), onde no terceiro trimestre de 2012 a produção ficou em torno de 3,9 milhões de litros e, no mesmo período de 2013, em 2,9 milhões de litros (IBGE, 2014).

Ao contrário da tendência nacional e por causa da existência de condições locais desfavoráveis a essa atividade econômica, como o preço da terra, a evolução da cadeia produtiva do leite no Distrito Federal tem deixado a desejar, resultando em importação sistemática de cerca de 80% do leite consumido localmente. Esta situação é certamente desfavorável em relação ao desejável social e economicamente, especialmente quando se leva em conta o potencial dos produtores e processadores locais para atender parcela maior dessa demanda e gerar renda, empregos produtivos e receitas tributárias no próprio Distrito Federal (EMATER- DF, 2008).

Para o fornecimento do leite destinado ao beneficiamento e à produção de derivados é preciso garantir a sua qualidade desde a origem. Portanto, a indústria deve ser exigente com os seus fornecedores, para não afetar sua produção e reputação, e a fiscalização deve ser rigorosa com os laticínios para garantir um produto livre de adulterações e contaminações que possam lesar e afetar a saúde do consumidor.

A manutenção das características do leite, assim como a sua inocuidade e seu valor nutricional, são tópicos de preocupação tanto para a indústria quanto para os órgãos reguladores e o que se observa em pesquisas realizadas no Brasil é que no geral, a matéria-prima chega à indústria com diversos parâmetros alterados,

indicando deficiências na produção e a oferta de produtos para o consumo, abaixo da qualidade estabelecida pelas legislações (SILVA, 2013).

A adição de água ao leite é uma das fraudes mais praticadas e tem como objetivo o aumento do volume. O índice crioscópico é um dos parâmetros analíticos utilizados para determinar a qualidade do leite “in natura” e industrializado e está baseado na determinação do ponto de congelamento do leite, que varia de $-0,512^{\circ}\text{C}$ a $-0,531^{\circ}\text{C}$, equivalente em graus Hortvet a $-0,530^{\circ}\text{H}$ e $-0,550^{\circ}\text{H}$. É proporcional ao extrato seco (matéria seca) do leite, mais especificamente em relação à presença de lactose e cloretos, e indica o ponto de congelamento do leite em relação ao ponto de congelamento da água (TRONCO, 2003).

A determinação do índice crioscópico pelo ponto de congelamento é considerada como de precisão em praticamente todo o mundo, já que os resultados apresentam pouca variabilidade. Por isso, é um recurso utilizado para realizar a inspeção do leite quanto às fraudes por adição de água (FONSECA et al., 1995). A legislação vigente estabelece a faixa compreendida entre $-0,530^{\circ}\text{H}$ a $-0,550^{\circ}\text{H}$ como valores de índice crioscópico aceitáveis para o leite cru e beneficiado (BRASIL, 2011).

A alteração do índice crioscópico acarreta diversos prejuízos à indústria produtora de leite, visto que há um menor rendimento de produção, com perda da qualidade dos produtos (SILVA, 2013; VASCONCELLOS, 2009; ARAÚJO, 2009). Apesar de existirem outros métodos para determinação do índice crioscópico do leite, na Instrução Normativa N° 68 de 2006 o método oficial é pela crioscopia determinada pelo ponto de congelamento (LEMOS, 2011).

Os órgãos de inspeção estabeleceram padrões de índices crioscópicos para leite livre da adição de água. A adição de água ao leite resulta em aumento no custo dos sólidos, aumento dos custos com transporte, redução do rendimento do produto e aumento de custo para o processamento do leite pela indústria. Dependendo da qualidade da água adicionada ao leite, esta pode afetar a população microbiana total. Por esta razão, indústrias de laticínios monitoram de perto a adição de água pelos fornecedores de leite e podem estabelecer padrões adicionais para pagamento por qualidade. Ao Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA) cabe a responsabilidade pela fiscalização da qualidade do leite e seus derivados desde a produção até sua finalização na indústria. Nos pontos de comercialização, onde é possível o acesso direto pelos consumidores, quem tem a

responsabilidade de fiscalização desses produtos é o Ministério da Saúde, através da Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA).

Atualmente, a determinação do índice crioscópico do leite tem sido obtida por meio de crioscópios que promovem o congelamento do leite, por ultrassom e infravermelho. Entretanto, o MAPA apenas aceita como oficiais os resultados obtidos por meio da utilização de crioscópios eletrônicos, tendo em vista os relatos por parte dos serviços de fiscalização, de resultados divergentes entre as metodologias, em especial entre aqueles obtidos por meio do equipamento Ekomilk® que processa as amostras por ultrassom.

Assim, tendo em vista a escassez de pesquisas que avaliem o desempenho entre as metodologias para determinação do índice crioscópico, realizou-se este estudo com o objetivo de avaliar a eficiência do método baseado em ultrassom na análise de parâmetros físico químicos e na detecção de adição de água ao leite.

PRIMEIRO EXPERIMENTO

1 OBJETIVOS

Avaliar a eficiência do Ekomilk[®] Total na determinação do índice crioscópico do leite, usando como referência os valores de um crioscópio eletrônico.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

As análises foram realizadas no Laboratório de Análise de Leite e Derivados, da Universidade de Brasília utilizando-se o Ekomilk[®] Total. O leite cru foi coletado de animais pertencentes ao rebanho da Fazenda Água Limpa, da UnB. Foram utilizados, aproximadamente, seis litros de leite comprovadamente sem adição de água. Em seguida esse volume foi dividido em alíquotas para a realização de três tratamentos: sem adição de água, com 1% e com 10% de água adicionada. Cada tratamento foi submetido a 100 repetições (n=300), no equipamento ultrassônico para determinação do índice crioscópico e da porcentagem de água adicionada ao leite. Após cada análise o leite era descartado e uma nova alíquota era utilizada.

Antes das análises o equipamento era devidamente calibrado e higienizado de acordo com as instruções do fabricante. Os valores obtidos (*Freezing Value*) foram convertidos para graus Hortvet conforme estabelecido pela tabela contida no manual (Anexo I) e, quando ultrapassavam os contidos na tabela foram determinados como recomendado: $Freezing Value = Freezing Point [^{\circ}C] \times (-100)$, onde o *Freezing Point* é o ponto de congelamento em graus Celsius que se quer encontrar e o *Freezing Value* é o FP (ponto de congelamento) dado pelo aparelho. Este valor ainda foi convertido para graus Hortvet com a fórmula: $CELSIUS = (600/621) \times HORTVET$. Todas as conversões foram feitas com ajuda do programa Microsoft[®] Excel 2010.

Para efeito de comparação com a metodologia de determinação do índice crioscópico pelo ponto de congelamento, adotou-se os valores de referência do aparelho Crioscópio Digital Microprocessado M-90[®] da Laktron, de -0,530[°]H para leite sem adição de água, de -0,525[°]H para leite com 1% de água adicionada e de -0,480[°]H para leite adicionado de 10% de água, a partir da fórmula contida no manual: $X = (A - B)200$, onde *A* é o padrão do aparelho (-0,530[°]H), *B* é o resultado encontrado pelo crioscópio e *X* a porcentagem de água.

Para a análise estatística utilizou-se o programa STATA 12® (Statacorp, 2011). Determinaram-se as médias do índice crioscópico de cada tratamento analisado e estas foram comparadas com as médias dos resultados de referência para cada porcentagem de água adicionada, com a aplicação de teste t para uma média.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os dados obtidos do aparelho se encontram nos Anexos II, III e IV deste trabalho. Os valores médios, correspondentes ao índice crioscópico obtidos pelo Ekomilk® Total (Tabela 1), das amostras sem adição de água foi de $-0,620^{\circ}\text{H}$, portanto muito abaixo do intervalo estabelecido pela legislação que é de $-0,530^{\circ}\text{H}$ a $-0,550^{\circ}\text{H}$ (BRASIL, 2011). Para as amostras fraudadas os valores médios foram de $-0,612^{\circ}\text{H}$ para as adicionadas de 1% e, de $-0,557^{\circ}\text{H}$ para as com 10% de água, sendo que os valores esperados seriam de $-0,525^{\circ}\text{H}$ e de $-0,480^{\circ}\text{H}$, respectivamente. Todas as amostras analisadas pelo Ekomilk® Total apresentaram valores de índice crioscópico fora do intervalo considerado padrão e com valores muito abaixo do esperado, tanto para o leite sem adição de água ($n=100$) como para o leite fraudado ($n=200$).

Tabela 1 – Número de repetições, média, erro padrão da média e desvio padrão dos leites analisados com diferentes tratamentos.

Leite	Número de repetições	Valores de referência ($^{\circ}\text{H}$)	Média	Erro padrão da média	Desvio-padrão
Sem alteração	100	-0,530	-0,620	0,0002	0,0024
1% de água	100	-0,525	-0,612	0,0002	0,0023
10% de água	100	-0,480	-0,557	0,0002	0,0016

Aplicou-se o teste t para uma média entre os valores obtidos pela metodologia de ultrassom e os de referência para determinação pelo ponto de congelamento do leite, para cada grupo, sendo a hipótese nula a igualdade dos índices crioscópicos do aparelho e os de referência. Os índices crioscópicos médios dos dois aparelhos para as mesmas amostras foram estatisticamente diferentes ($p<0,001$). O Ekomilk®, apesar de indicar um aumento estatisticamente significativo nos valores dos índices crioscópicos das amostras fraudadas, não identificou a adição de água mesmo nas amostras acrescidas em 10%. Ainda, os valores se mostraram significativamente

discrepantes, muito abaixo do esperado, o que poderia induzir a uma interpretação errônea de ocorrência de fraude por adição de substâncias reconstituintes com o intuito de mascarar aguagem.

O índice crioscópico é um dos parâmetros analíticos utilizados para determinar a qualidade do leite *in natura* e industrializado. É proporcional ao extrato seco (matéria seca) do leite, mais especificamente em relação à presença de lactose e cloretos, e indica o ponto de congelamento do leite em relação ao ponto de congelamento da água (TRONCO, 2003). É considerado um resultado de precisão em praticamente todo o mundo, já que os valores apresentam pouca variabilidade. Por isso é um recurso utilizado para realizar a inspeção do leite quanto às fraudes por adição de água (FONSECA et al., 2006).

Os resultados obtidos corroboram a decisão do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Em 2010, a Divisão de Leite do MAPA considerando a manifestação de diversos fiscais agropecuários atuantes na área de inspeção de leite e derivados, dando conta da ocorrência de discrepâncias quanto à mensuração do índice crioscópico do leite pelo equipamento Ekomilk[®], decide que a única metodologia para mensuração aceita é a baseada no uso de crioscópios eletrônicos, conforme disposto na Instrução Normativa n° 68/2006 SDA/MAPA. As mensurações dos outros parâmetros como temperatura, pH, proteína, lactose, gordura, sólidos não gordurosos e condutividade elétrica continuam sendo aceitas por essa metodologia.

Lemos (2011), analisou 20 amostras de leite cru das quais, 20% apresentaram resultados em desacordo com a legislação quando analisadas pelo Ekomilk[®] Total e, 10% quando analisadas pelo crioscópio eletrônico. Os resultados coincidiram em 13 das 20 amostras tanto para presença quanto para ausência de água, e nas três com presença as porcentagens de água encontradas foram diferentes. Em 20 amostras de leite pasteurizado, 65% apresentaram índice crioscópico acima do padrão quando analisadas pelo crioscópio eletrônico e 50% quando analisadas pelo Ekomilk[®] Total. A autora concluiu que a metodologia para determinação do índice crioscópico do leite utilizando equipamento ultrassom, apresenta resultados discrepantes quando comparada com a metodologia oficial que determina o ponto de congelamento do leite.

4 CONCLUSÃO

Os valores médios observados no Ekomilk[®] Total se apresentaram muito distantes dos valores de referência, indicando que é inadequado para medição do índice crioscópico de leite cru, não sendo capaz de detectar amostras fraudadas com até 10% de água. Os resultados dos índices crioscópicos apresentaram diferenças de até $-0,090^{\circ}\text{H}$ em amostras comprovadamente sem adição de água, o que pode induzir à interpretação de amostras fraudadas com substâncias reconstituíntes. Esses resultados corroboram a decisão do órgão de fiscalização em não aceitar a mensuração do índice crioscópico de leite por esse equipamento.

SEGUNDO EXPERIMENTO

1 OBJETIVOS

Utilizando o Ekomilk[®] Total, medir gordura, sólidos não gordurosos, proteína e lactose em leite cru e pasteurizado em diferentes temperaturas para detectar a ocorrência de alterações nos resultados.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

As análises foram no mesmo local e os procedimentos de calibragem foram os mesmos do primeiro experimento. O leite cru também foi coletado na Fazenda Água Limpa e o leite pasteurizado adquirido em ponto comercial do Distrito Federal.

Foram avaliados os parâmetros referentes aos teores de gordura, proteína, lactose e sólidos não gordurosos de leite cru e pasteurizado integrais. Alíquotas de 200 mL de cada leite foram acondicionadas em frascos Erlenmeyer e mantidas em temperaturas de 15°C, 20°C e, 25°C em banhos de água resfriada e, de 30°C e 35°C em banho-maria, medidas com ajuda de termômetro de mercúrio. As faixas de temperaturas foram selecionadas com base no intervalo recomendado para uso no aparelho Ekomilk[®] Total (15°C a 35°C, $\pm 1^\circ\text{C}$). Foram realizadas vinte repetições de cada leite, em cada faixa de temperatura, totalizando 200 observações.

Para a análise estatística utilizou-se o programa STATA 12[®] (Statacorp, 2011). Foram calculadas as médias, o desvio-padrão, a mediana e os primeiro e terceiro quartis dos valores amostrais obtidos para cada parâmetro e temperatura avaliados.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados obtidos estão contidos nas Tabelas de 2 a 9. A observação dos dados colhidos (Anexos V a VIII) indica pouca variação dos valores obtidos nas diferentes temperaturas. Os parâmetros que mais mostraram variabilidade foram a gordura do leite cru, os sólidos não gordurosos e a proteína do leite pasteurizado (Tabelas 2, 7 e 8). Ainda assim os valores encontrados para todos os parâmetros foram aparentemente semelhantes.

Tabela 2 – Média, desvio-padrão, primeiro quartil, mediana e terceiro quartil dos valores obtidos pelo Ekomilk[®] para a gordura do leite cru nas temperaturas estudadas.

GORDURA						
	Temperatura (°C)	Média	Desvio Padrão	1° quartil	Mediana	3° quartil
Leite Cru	15	4,15	0,12	4,03	4,15	4,27
	20	4,12	0,09	4,04	4,13	4,21
	25	4,12	0,13	3,99	4,13	4,24
	30	4,12	0,10	4,01	4,15	4,21
	35	4,14	0,13	4,01	4,16	4,27

Tabela 3 – Média, desvio-padrão, primeiro quartil, mediana e terceiro quartil dos valores obtidos pelo Ekomilk[®] para os sólidos não gordurosos do leite cru nas temperaturas estudadas.

SÓLIDOS NÃO GORDUROSOS						
	Temperatura (°C)	Média	Desvio Padrão	1° quartil	Mediana	3° quartil
Leite Cru	15	9,49	0,05	9,46	9,50	9,53
	20	9,48	0,03	9,45	9,49	9,50
	25	9,45	0,05	9,41	9,46	9,49
	30	9,44	0,03	9,41	9,45	9,47
	35	9,45	0,03	9,42	9,46	9,47

Tabela 4 – Média, desvio-padrão, primeiro quartil, mediana e terceiro quartil dos valores obtidos pelo Ekomilk[®] para a proteína do leite cru nas temperaturas estudadas.

PROTEÍNA						
	Temperatura (°C)	Média	Desvio Padrão	1° quartil	Mediana	3° quartil
Leite Cru	15	3,22	0,02	3,21	3,22	3,23
	20	3,21	0,01	3,20	3,22	3,22
	25	3,21	0,02	3,19	3,21	3,22
	30	3,20	0,02	3,20	3,21	3,21
	35	3,20	0,01	3,20	3,21	3,21

Tabela 5 – Média, desvio-padrão, primeiro quartil, mediana e terceiro quartil dos valores obtidos pelo Ekomilk[®] para lactose do leite cru nas temperaturas estudadas.

LACTOSE						
	Temperatura (°C)	Média	Desvio Padrão	1° quartil	Mediana	3° quartil
Leite Cru	15	5,56	0,03	5,54	5,57	5,58
	20	5,55	0,02	5,54	5,56	5,57
	25	5,54	0,03	5,51	5,54	5,56
	30	5,53	0,02	5,51	5,53	5,55
	35	5,54	0,02	5,52	5,54	5,55

Tabela 6 – Média, desvio-padrão, primeiro quartil, mediana e terceiro quartil dos valores obtidos pelo Ekomilk[®] para gordura do leite pasteurizado nas temperaturas estudadas.

GORDURA						
	Temperatura (°C)	Média	Desvio Padrão	1° quartil	Mediana	3° quartil
Leite Pasteurizado	15	2,85	0,04	2,82	2,83	2,9
	20	2,87	0,07	2,80	2,90	2,92
	25	2,82	0,04	2,78	2,82	2,87
	30	2,78	0,02	2,76	2,77	2,79
	35	2,75	0,04	2,71	2,75	2,78

Tabela 7 – Média, desvio-padrão, primeiro quartil, mediana e terceiro quartil dos valores obtidos pelo Ekomilk[®] para os sólidos não gordurosos do leite pasteurizado nas temperaturas estudadas.

SÓLIDOS NÃO GORDUROSOS						
	Temperatura (°C)	Média	Desvio Padrão	1° quartil	Mediana	3° quartil
Leite Pasteurizado	15	10,12	0,16	9,98	10,10	10,30
	20	10,14	0,21	9,93	10,13	10,30
	25	10,06	0,16	9,90	10,06	10,20
	30	9,94	0,09	9,85	9,97	10,00
	35	9,94	0,07	9,87	9,96	10,00

Tabela 8 – Média, desvio-padrão, primeiro quartil, mediana e terceiro quartil dos valores obtidos pelo Ekomilk[®] para a proteína do leite pasteurizado nas temperaturas estudadas.

PROTEÍNA						
	Temperatura (°C)	Média	Desvio Padrão	1° quartil	Mediana	3° quartil
Leite Pasteurizado	15	4,03	0,14	3,90	4,00	4,20
	20	4,04	0,20	3,86	4,04	4,21
	25	3,97	0,14	3,84	3,97	4,10
	30	3,88	0,08	3,79	3,90	3,95
	35	3,88	0,06	3,81	3,89	3,93

Tabela 9 – Média, desvio-padrão, primeiro quartil, mediana e terceiro quartil dos valores obtidos pelo Ekomilk[®] para a lactose do leite pasteurizado nas temperaturas estudadas.

LACTOSE						
	Temperatura (°C)	Média	Desvio Padrão	1° quartil	Mediana	3° quartil
Leite Pasteurizado	15	5,31	0,02	5,30	5,31	5,32
	20	5,31	0,02	5,29	5,31	5,33
	25	5,30	0,02	5,29	5,30	5,32
	30	5,30	0,01	5,29	5,30	5,30
	35	5,30	0,01	5,29	5,30	5,30

Os teores de gordura do leite cru foram muito discrepantes (entre 3,97% e 4,29% nas 100 repetições), influenciando na imprecisão da estimativa da média do parâmetro. As análises de leite cru e pasteurizado foram realizadas em dois dias consecutivos e a partir de amostras diferentes, apesar de provenientes do mesmo local e serem da mesma marca comercial, o que pode ter afetado o teor de gordura e os parâmetros com mais variabilidade. Diversos fatores devem ser levados em consideração, como por exemplo, a homogeneização incompleta no momento da coleta ou ordenha incompleta.

Os resultados médios dos parâmetros analisados para leite cru e pasteurizados estão contidos nas Tabelas de 2 a 9. Em leite cru os teores de sólidos não gordurosos variaram de 9,49% a 9,44%, nas faixas de 15°C e 30°C, respectivamente e, para leite pasteurizado de 10,14% a 9,94% nas faixas de 20°C e 35°C, respectivamente.

Quanto à proteína, também foi observada redução nos teores com o aumento da temperatura: para leite cru a 15°C foi de 3,22% e a 35°C foi de 3,20%; para leite pasteurizado foi de 4,08% quando a 15°C e de 3,88% quando a 30°C e 35°C.

Para a lactose em leite cru observou-se teores de 5,56% a 15°C e 5,54% a 35°C e, para leite pasteurizado de 5,31% a 15°C e de 5,30% a 25°C, 30°C e 35°C.

De acordo com o manual do aparelho, a precisão dos resultados pode ter uma pequena variação. No caso dos parâmetros utilizados neste estudo, a gordura tem precisão de mais ou menos 0,1%, enquanto os sólidos não gordurosos, a proteína e a lactose podem sofrer uma variação de até 0,2% para mais ou para menos. Avaliando-se as médias em cada temperatura dos parâmetros analisados todos se mantiveram dentro do intervalo de precisão do aparelho, apesar da pequena redução notada quando se aumentava a temperatura.

Os resultados devem ser avaliados de maneira crítica, pois na prática essas pequenas diferenças podem se mostrar irrelevantes, já que o “arredondamento” dos valores obtidos, aparentemente, não resultaria em alterações numéricas significativas na tomada de decisões em relação ao produto analisado pelo equipamento.

Garves e Leite (2008) compararam resultados obtidos em análises oficiais e com o equipamento Lactoscan SLP por ultrassom, em análises de leites *in natura* quanto aos teores de gordura, lactose, densidade, extrato seco, proteína, cinzas e índice crioscópico. A proteína, o extrato seco e a lactose apresentaram diferenças

significativas, com valores encontrados pelo aparelho maiores do que os resultados da metodologia oficial para lactose e menores para os outros componentes; com relação aos teores de gordura, não foram observadas diferenças significativas apenas nas amostras com teores de 2% e 3,2%.

Ponsano (2007) destaca que, em termos operacionais, a análise físico-química do leite por espectroscopia de ultrassom apresenta vantagens sobre os métodos tradicionais por dispensar o preparo das amostras, utilizar volumes mínimos das amostras em estado intacto, dispensar o uso de reagentes químicos e vidrarias específicos e por fornecer o resultado em poucos minutos. Venturoso (2007) se mostrou a favor do uso desde que haja um estudo para identificar as limitações do aparelho para eficiência da calibragem. Pinto (2008) indica o uso em propriedades, centros de pesquisa e indústrias de laticínios.

4 CONCLUSÃO

O equipamento se mostrou eficiente na determinação de parâmetros físico-químicos de gordura, proteína, lactose e sólidos não gordurosos em leite cru e pasteurizado, quando as amostras foram analisadas em diferentes faixas de temperatura compreendidas entre 15°C e 35°C. Houve pouca variabilidade entre as médias, com resultados dentro dos valores de precisão do aparelho.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ARAÚJO, V. M. **Avaliação da metodologia no infravermelho com Transformada de Fourier para análises do pH e do ponto de congelamento em leite bovino.** 2009. Dissertação (Mestrado em Agronomia) - Escola Superior de Agricultura "Luiz de Queiroz", Universidade de São Paulo, Piracicaba, 2009.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº 62 de 29 de dezembro de 2011. Aprova o 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. **Diário Oficial da União.** Brasília, 30 dez. Seção 1, p. 6, 2011.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº 68 de 12 de dezembro de 2006. Oficializar os Métodos Analíticos Oficiais Físico-Químicos, para Controle de Leite e Produtos Lácteos, determinando que sejam utilizados nos Laboratórios Nacionais Agropecuários. **Diário Oficial da União.** Brasília, 14 dez, Seção 1, p. 8, 2006.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Decreto nº 30.691, de 29 de março de 1952 e atualizações. **Regulamento de Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal.** Rio de Janeiro, 1952.

EMPRESA DE ASSISTÊNCIA TÉCNICA E EXTENSÃO RURAL DO DISTRITO FEDERAL. **Plano Executivo de Desenvolvimento Sustentável da Cadeia Produtiva da Pecuária Leiteira no Distrito Federal.** Brasília, 2008. 41p.

FONSECA, L. M.; RODRIGUES, R.; SOUZA, M. R. Índice crioscópico do leite. **Caderno Técnico da Escola de Veterinária da UFMG**, n.13, p.73-83, 1995.

FONSECA, L.M.; RODRIGUES, R.; CERQUEIRA, M.M.O.P. et al. **Situação da qualidade do leite cru em Minas Gerais - 2007/2008**, 2009. 14p.

GARVES, F. LEITE, N. M. **Avaliação do efeito do ultra-som na análise físico-química do leite.** 2013. Trabalho de Conclusão de Curso (Curso Superior de Tecnologia em Alimentos) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Londrina, 2013.

IBGE - Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística. **Indicadores IBGE:** Estatística de Produção Pecuária, p. 22-26. Setembro de 2014.

LEMOS, A. C. **Determinação do índice crioscópico de leite cru e pasteurizado pela utilização de crioscópio eletrônico e por ultrassom.** Monografia (Graduação em medicina Veterinária) - Faculdade de Agronomia e Medicina Veterinária, Universidade de Brasília, Brasília, 2011.

PINTO, A. T.; ZANELA, M. B.; RIBEIRO, M. E. R.; FERNANDEZ, V. N. V.; SANTOS, J. O. Correlação entre os métodos infravermelho e ultra-som na determinação da

composição química do leite das vacas do concurso leiteiro da Expoiner 2007. **Acta Scientiae Veterinariae**, v. 36, n. 3, p. 273-276, 2008.

PONSANO, E. H. G.; PERRI, S. H. V.; MADUREIRA, F. C. P.; PAULINO, R. Z.; CAMOSSI, L. G. Correlação entre métodos tradicionais e espectroscopia de ultra-som na determinação de características físico-químicas do leite. **Arquivo Brasileiro de Medicina Veterinária e Zootecnia**, v. 59, n. 4, p. 1052-1057, 2007.

SILVA, L. C. C. **Capacidade de detecção de adulterações e suficiência das provas oficiais para assegurar a qualidade do leite pasteurizado**. 2013. Tese (Doutorado em Ciência Animal) - Centro de Ciências Agrárias, Universidade Estadual de Londrina, Londrina, 2013.

STATACORP. 2011. Stata: Release 12. Statistical Software. College Station, TX: StataCorp LP.

TRONCO, V. M. **Manual para inspeção da qualidade do leite**. 2 ed. - Santa Maria: Ed. da UFSM. 2003. 192p.

VASCONCELLOS, P. F. **Revisão sobre a qualidade do leite no Brasil: Aspectos Físicos, Químicos e Nutritivos**. 2009. Trabalho de Conclusão de Curso (Higiene e Inspeção de Produtos de Origem Animal) - Instituto Qualittas, Campinas, 2009.

VENTUROSO, R. C.; ALMEIDA, K. E.; RODRIGUES, A. M.; DAMIN, M. R.; OLIVEIRA, M. N. Determinação da composição físico-química de produtos lácteos: estudo exploratório de comparação dos resultados obtidos por metodologia oficial e por ultra-som. **Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas**, v. 43, n. 4, p. 607-613, out./dez. 2007.

ANEXOS

Anexo I – Tabela de conversão do ponto de congelamento do Ekomilk para porcentagem de água adicionada e índice crioscópico em graus Hortvet.

TABELA DE CONVERSÃO

°H	FP °C	Fraude (%)	°H	FP °C	Fraude (%)	°H	FP °C	Fraude (%)
-0,550	53,10	0,00	-0,494	47,70	6,80	-0,438	42,30	17,35
-0,549	53,00	0,00	-0,493	47,60	6,99	-0,437	42,20	17,54
-0,548	52,90	0,00	-0,492	47,50	7,19	-0,436	42,10	17,74
-0,547	52,80	0,00	-0,491	47,40	7,38	-0,435	42,00	17,93
-0,546	52,70	0,00	-0,490	47,30	7,58	-0,434	41,90	18,13
-0,545	52,60	0,00	-0,489	47,20	7,77	-0,433	41,80	18,32
-0,544	52,50	0,00	-0,488	47,10	7,97	-0,432	41,70	18,52
-0,543	52,40	0,00	-0,487	47,00	8,16	-0,431	41,60	18,72
-0,542	52,30	0,00	-0,486	46,90	8,36	-0,430	41,50	18,91
-0,541	52,20	0,00	-0,485	46,80	8,55	-0,429	41,40	19,11
-0,540	52,10	0,00	-0,484	46,70	8,75	-0,428	41,30	19,30
-0,539	52,00	0,00	-0,483	46,60	8,95	-0,427	41,20	19,50
-0,537	51,90	0,00	-0,482	46,50	9,14	-0,426	41,10	19,69
-0,536	51,80	0,00	-0,481	46,40	9,34	-0,425	41,00	19,89
-0,535	51,70	0,00	-0,479	46,30	9,53	-0,424	40,90	20,08
-0,534	51,60	0,00	-0,478	46,20	9,73	-0,423	40,80	20,28
-0,533	51,50	0,00	-0,477	46,10	9,92	-0,421	40,70	20,47
-0,532	51,40	0,00	-0,476	46,00	10,12	-0,420	40,60	20,67
-0,531	51,30	0,00	-0,475	45,90	10,31	-0,419	40,50	20,86
-0,530	51,20	0,00	-0,474	45,80	10,51	-0,418	40,40	21,06
-0,529	51,10	0,15	-0,473	45,70	10,70	-0,417	40,30	21,26
-0,528	51,00	0,35	-0,472	45,60	10,90	-0,416	40,20	21,45
-0,527	50,90	0,54	-0,471	45,50	11,09	-0,415	40,10	21,65
-0,526	50,80	0,74	-0,470	45,40	11,29	-0,414	40,00	21,84
-0,525	50,70	0,93	-0,469	45,30	11,49	-0,413	39,90	22,04
-0,524	50,60	1,13	-0,468	45,20	11,68	-0,412	39,80	22,23
-0,523	50,50	1,32	-0,467	45,10	11,88	-0,411	39,70	22,43
-0,522	50,40	1,52	-0,466	45,00	12,07	-0,410	39,60	22,62
-0,521	50,30	1,72	-0,465	44,90	12,27	-0,409	39,50	22,82
-0,520	50,20	1,91	-0,464	44,80	12,46	-0,408	39,40	23,01
-0,519	50,10	2,11	-0,463	44,70	12,66	-0,407	39,30	23,21
-0,518	50,00	2,30	-0,462	44,60	12,85	-0,406	39,20	23,40
-0,517	49,90	2,50	-0,461	44,50	13,05	-0,405	39,10	23,60
-0,516	49,80	2,69	-0,460	44,40	13,24	-0,404	39,00	23,80
-0,515	49,70	2,89	-0,459	44,30	13,44	-0,403	38,90	23,99
-0,514	49,60	3,08	-0,458	44,20	13,63	-0,402	38,80	24,19
-0,513	49,50	3,28	-0,457	44,10	13,83	-0,401	38,70	24,38
-0,512	49,40	3,47	-0,456	44,00	14,03	-0,400	38,60	24,58
-0,511	49,30	3,67	-0,455	43,90	14,22	-0,399	38,50	24,77
-0,510	49,20	3,87	-0,454	43,80	14,42	-0,398	38,40	24,97
-0,508	49,10	4,06	-0,453	43,70	14,61	-0,397	38,30	25,16
-0,507	49,00	4,26	-0,452	43,60	14,81	-0,396	38,20	25,36
-0,506	48,90	4,45	-0,450	43,50	15,00	-0,395	38,10	25,55
-0,505	48,80	4,65	-0,449	43,40	15,20	-0,394	38,00	25,75
-0,504	48,70	4,84	-0,448	43,30	15,39	-0,392	37,90	25,94
-0,503	48,60	5,04	-0,447	43,20	15,59	-0,391	37,80	26,14
-0,502	48,50	5,23	-0,446	43,10	15,78	-0,390	37,70	26,34
-0,501	48,40	5,43	-0,445	43,00	15,98	-0,389	37,60	26,53
-0,500	48,30	5,62	-0,444	42,90	16,18	-0,388	37,50	26,73
-0,499	48,20	5,82	-0,443	42,80	16,37	-0,387	37,40	26,92
-0,498	48,10	6,01	-0,442	42,70	16,57	-0,386	37,30	27,12
-0,497	48,00	6,21	-0,441	42,60	16,76	-0,385	37,20	27,31
-0,496	47,90	6,41	-0,440	42,50	16,96	-0,384	37,10	27,51
-0,495	47,80	6,60	-0,439	42,40	17,15	-0,383	37,00	27,70

PONTO DE CONGELANTE ACIMA DO ÍNDICE, VERIFICAR O SEGUINTE

A) SE A AMOSTRA ESTÁ HOMOGÊNEA

B) SE A ACIDEZ ESTÁ NORMAL

C) SE EXISTE FRAUDE TAIS COMO: SUBSTÂNCIAS ALCALINA, CLORETOS, SACAROSE, URINA ETC

Anexo II – Tabela de resultados - Leite Íntegro, sem água adicionada.

Amostra	Ekomilk® Freezing Point	IC em °H* Ekomilk®	IC em °H crioscópio
1	59,5	-0,616	-0,530
2	59,5	-0,616	-0,530
3	59,5	-0,616	-0,530
4	59,4	-0,615	-0,530
5	59,5	-0,616	-0,530
6	59,5	-0,616	-0,530
7	59,5	-0,616	-0,530
8	59,5	-0,616	-0,530
9	59,5	-0,616	-0,530
10	59,5	-0,616	-0,530
11	59,3	-0,614	-0,530
12	59,3	-0,614	-0,530
13	59,6	-0,617	-0,530
14	59,6	-0,617	-0,530
15	59,6	-0,617	-0,530
16	59,6	-0,617	-0,530
17	59,7	-0,618	-0,530
18	59,6	-0,617	-0,530
19	59,7	-0,618	-0,530
20	59,6	-0,617	-0,530
21	59,8	-0,619	-0,530
22	60,0	-0,621	-0,530
23	59,9	-0,620	-0,530
24	60,1	-0,622	-0,530
25	60,1	-0,622	-0,530
26	60,1	-0,622	-0,530
27	60,1	-0,622	-0,530
28	60,1	-0,622	-0,530
29	60,1	-0,622	-0,530
30	60,1	-0,622	-0,530
31	60,0	-0,621	-0,530
32	60,1	-0,622	-0,530
33	60,1	-0,622	-0,530
34	60,1	-0,622	-0,530
35	60,1	-0,622	-0,530
36	60,2	-0,623	-0,530
37	60,1	-0,622	-0,530
38	60,2	-0,623	-0,530
39	60,2	-0,623	-0,530
40	60,1	-0,622	-0,530
41	60,1	-0,622	-0,530
42	60,2	-0,623	-0,530
43	60,2	-0,623	-0,530
44	60,1	-0,622	-0,530
45	60,1	-0,622	-0,530
46	60,1	-0,622	-0,530
47	60,2	-0,623	-0,530
48	60,2	-0,623	-0,530
49	60,0	-0,621	-0,530
50	60,3	-0,624	-0,530
51	60,0	-0,621	-0,530
52	59,9	-0,620	-0,530
53	59,9	-0,620	-0,530
54	59,9	-0,620	-0,530
55	59,9	-0,620	-0,530
56	59,9	-0,620	-0,530
57	59,9	-0,620	-0,530
58	59,9	-0,620	-0,530
59	59,9	-0,620	-0,530
60	59,9	-0,620	-0,530
61	60,0	-0,621	-0,530
62	60,0	-0,621	-0,530
63	60,0	-0,621	-0,530
64	59,9	-0,620	-0,530
65	59,9	-0,620	-0,530
66	59,9	-0,620	-0,530
67	60,0	-0,621	-0,530
68	59,9	-0,620	-0,530
69	59,9	-0,620	-0,530
70	59,9	-0,620	-0,530
71	60,1	-0,622	-0,530
72	59,9	-0,620	-0,530
73	59,9	-0,620	-0,530
74	60,0	-0,621	-0,530
75	60,0	-0,621	-0,530
76	59,9	-0,620	-0,530
77	60,0	-0,621	-0,530
78	60,1	-0,622	-0,530
79	59,9	-0,620	-0,530
80	59,9	-0,620	-0,530
81	60,0	-0,621	-0,530
82	60,1	-0,622	-0,530
83	60,1	-0,622	-0,530
84	60,0	-0,621	-0,530

85	60,1	-0,622	-0,530
86	60,1	-0,622	-0,530
87	60,0	-0,621	-0,530
88	60,0	-0,621	-0,530
89	60,1	-0,622	-0,530
90	60,1	-0,622	-0,530
91	60,1	-0,622	-0,530
92	60,1	-0,622	-0,530

93	60,0	-0,621	-0,530
94	60,0	-0,621	-0,530
95	60,1	-0,622	-0,530
96	60,1	-0,622	-0,530
97	60,1	-0,622	-0,530
98	60,0	-0,621	-0,530
99	60,0	-0,621	-0,530
100	60,1	-0,622	-0,530

Anexo III - Tabela de resultados - Leite com 1% de água adicionada.

Amostra	Ekomilk® Freezing Point	IC em °H* Ekomilk®	IC em °H crioscópio
1	58,8	-0,609	-0,525
2	58,9	-0,610	-0,525
3	58,8	-0,609	-0,525
4	58,8	-0,609	-0,525
5	58,7	-0,608	-0,525
6	58,7	-0,608	-0,525
7	58,8	-0,609	-0,525
8	58,7	-0,608	-0,525
9	58,7	-0,608	-0,525
10	58,7	-0,608	-0,525
11	58,9	-0,610	-0,525
12	58,9	-0,610	-0,525
13	58,7	-0,608	-0,525
14	58,9	-0,610	-0,525
15	58,9	-0,610	-0,525
16	58,8	-0,609	-0,525
17	58,7	-0,608	-0,525
18	58,8	-0,609	-0,525
19	58,9	-0,610	-0,525
20	58,8	-0,609	-0,525
21	59,0	-0,611	-0,525
22	58,9	-0,610	-0,525
23	58,9	-0,610	-0,525
24	58,9	-0,610	-0,525
25	58,9	-0,610	-0,525
26	58,9	-0,610	-0,525
27	58,9	-0,610	-0,525
28	58,8	-0,609	-0,525
29	58,9	-0,610	-0,525
30	58,9	-0,610	-0,525
31	58,9	-0,610	-0,525
32	59,0	-0,611	-0,525
33	59,4	-0,615	-0,525
34	59,1	-0,612	-0,525
35	59,1	-0,612	-0,525
36	59,1	-0,612	-0,525
37	59,1	-0,612	-0,525
38	59,2	-0,613	-0,525
39	59,1	-0,612	-0,525
40	59,2	-0,613	-0,525
41	59,2	-0,613	-0,525

42	59,2	-0,613	-0,525
43	59,3	-0,614	-0,525
44	59,3	-0,614	-0,525
45	59,2	-0,613	-0,525
46	59,3	-0,614	-0,525
47	59,3	-0,614	-0,525
48	59,2	-0,613	-0,525
49	59,2	-0,613	-0,525
50	59,3	-0,614	-0,525
51	59,0	-0,611	-0,525
52	59,0	-0,611	-0,525
53	59,1	-0,612	-0,525
54	59,2	-0,613	-0,525
55	59,3	-0,614	-0,525
56	59,2	-0,613	-0,525
57	59,2	-0,613	-0,525
58	59,2	-0,613	-0,525
59	59,3	-0,614	-0,525
60	59,2	-0,613	-0,525
61	59,2	-0,613	-0,525
62	59,2	-0,613	-0,525
63	59,2	-0,613	-0,525
64	59,2	-0,613	-0,525
65	59,2	-0,613	-0,525
66	59,1	-0,612	-0,525
67	59,2	-0,613	-0,525
68	59,2	-0,613	-0,525
69	59,1	-0,612	-0,525
70	59,1	-0,612	-0,525
71	59,6	-0,617	-0,525
72	58,8	-0,609	-0,525
73	59,3	-0,614	-0,525
74	59,2	-0,613	-0,525
75	59,2	-0,613	-0,525
76	59,2	-0,613	-0,525
77	59,2	-0,613	-0,525
78	59,2	-0,613	-0,525
79	59,2	-0,613	-0,525
80	59,2	-0,613	-0,525
81	59,4	-0,615	-0,525
82	59,3	-0,614	-0,525
83	59,5	-0,616	-0,525
84	59,3	-0,614	-0,525

85	59,3	-0,614	-0,525
86	59,3	-0,614	-0,525
87	59,3	-0,614	-0,525
88	59,4	-0,615	-0,525
89	59,3	-0,614	-0,525
90	59,3	-0,614	-0,525
91	59,4	-0,615	-0,525
92	59,2	-0,613	-0,525

93	59,4	-0,615	-0,525
94	59,4	-0,615	-0,525
95	59,4	-0,615	-0,525
96	59,4	-0,615	-0,525
97	59,3	-0,614	-0,525
98	59,4	-0,615	-0,525
99	59,4	-0,615	-0,525
100	59,3	-0,614	-0,525

Anexo IV – Tabela de resultados - Leite com 10% de água adicionada.

Amostra	Ekomilk® Freezing Point	IC em °H* Ekomilk®	IC em °H crioscópio
1	53,7	-0,556	-0,480
2	53,6	-0,555	-0,480
3	53,6	-0,555	-0,480
4	53,6	-0,555	-0,480
5	53,6	-0,555	-0,480
6	53,6	-0,555	-0,480
7	53,5	-0,554	-0,480
8	53,6	-0,555	-0,480
9	53,6	-0,555	-0,480
10	53,6	-0,555	-0,480
11	53,2	-0,551	-0,480
12	53,9	-0,558	-0,480
13	53,8	-0,557	-0,480
14	53,6	-0,555	-0,480
15	53,6	-0,555	-0,480
16	53,6	-0,555	-0,480
17	53,6	-0,555	-0,480
18	53,6	-0,555	-0,480
19	53,6	-0,555	-0,480
20	53,6	-0,555	-0,480
21	53,7	-0,556	-0,480
22	53,7	-0,556	-0,480
23	53,8	-0,557	-0,480
24	53,8	-0,557	-0,480
25	53,9	-0,558	-0,480
26	53,9	-0,558	-0,480
27	53,9	-0,558	-0,480
28	53,9	-0,558	-0,480
29	53,9	-0,558	-0,480
30	53,9	-0,558	-0,480
31	53,7	-0,556	-0,480
32	53,7	-0,556	-0,480
33	53,8	-0,557	-0,480
34	53,7	-0,556	-0,480
35	53,8	-0,557	-0,480
36	53,9	-0,558	-0,480
37	53,9	-0,558	-0,480
38	53,9	-0,558	-0,480
39	53,9	-0,558	-0,480
40	53,9	-0,558	-0,480
41	53,7	-0,556	-0,480
42	53,9	-0,558	-0,480
43	53,9	-0,558	-0,480
44	53,7	-0,556	-0,480
45	53,8	-0,557	-0,480
46	53,8	-0,557	-0,480
47	53,8	-0,557	-0,480
48	53,8	-0,557	-0,480
49	53,8	-0,557	-0,480
50	53,8	-0,557	-0,480
51	53,8	-0,557	-0,480
52	53,7	-0,556	-0,480
53	53,9	-0,558	-0,480
54	53,9	-0,558	-0,480
55	53,7	-0,556	-0,480
56	53,9	-0,558	-0,480
57	54,0	-0,559	-0,480
58	54,0	-0,559	-0,480
59	54,0	-0,559	-0,480
60	54,0	-0,559	-0,480
61	53,8	-0,557	-0,480
62	53,9	-0,558	-0,480
63	54,0	-0,559	-0,480
64	54,0	-0,559	-0,480
65	54,0	-0,559	-0,480
66	54,0	-0,559	-0,480
67	54,0	-0,559	-0,480
68	54,0	-0,559	-0,480
69	53,9	-0,558	-0,480
70	54,0	-0,559	-0,480
71	53,9	-0,558	-0,480
72	53,9	-0,558	-0,480
73	53,8	-0,557	-0,480
74	53,9	-0,558	-0,480
75	54,0	-0,559	-0,480
76	53,9	-0,558	-0,480
77	54,0	-0,559	-0,480
78	53,9	-0,558	-0,480
79	53,9	-0,558	-0,480
80	54,0	-0,559	-0,480
81	53,9	-0,558	-0,480
82	54,0	-0,559	-0,480
83	54,0	-0,559	-0,480
84	53,9	-0,558	-0,480

85	54,0	-0,559	-0,480
86	53,8	-0,557	-0,480
87	53,8	-0,557	-0,480
88	53,9	-0,558	-0,480
89	53,9	-0,558	-0,480
90	53,9	-0,558	-0,480
91	54,0	-0,559	-0,480
92	54,0	-0,559	-0,480
93	54,0	-0,559	-0,480

94	54,0	-0,559	-0,480
95	54,0	-0,559	-0,480
96	53,9	-0,558	-0,480
97	53,8	-0,557	-0,480
98	53,9	-0,558	-0,480
99	53,7	-0,556	-0,480
100	53,8	-0,557	-0,480

Anexo V – Tabela de resultados – Leite cru, primeiro dia.

Temperatura	Amostra	Gordura	Sólidos Não Gordurosos	Proteína	Lactose
15°C	1	4,28	9,53	3,23	5,58
	2	4,28	9,53	3,23	5,58
	3	4,26	9,53	3,23	5,58
	4	4,25	9,51	3,23	5,57
	5	4,27	9,53	3,23	5,58
	6	4,27	9,55	3,24	5,59
	7	4,28	9,55	3,24	5,59
	8	4,27	9,55	3,24	5,59
	9	4,26	9,53	3,23	5,58
	10	4,27	9,54	3,24	5,58
20°C	1	4,22	9,50	3,22	5,57
	2	4,21	9,50	3,22	5,57
	3	4,21	9,50	3,22	5,57
	4	4,20	9,49	3,22	5,56
	5	4,21	9,50	3,22	5,57
	6	4,21	9,50	3,22	5,57
	7	4,21	9,50	3,22	5,57
	8	4,22	9,50	3,22	5,57
	9	4,20	9,49	3,22	5,56
	10	4,21	9,49	3,22	5,56
25°C	1	4,26	9,50	3,22	5,57
	2	4,25	9,49	3,22	5,56
	3	4,24	9,48	3,22	5,55
	4	4,23	9,48	3,22	5,55
	5	4,23	9,47	3,21	5,55
	6	4,24	9,48	3,22	5,55
	7	4,23	9,48	3,22	5,55
	8	4,25	9,53	3,23	5,58
	9	4,25	9,52	3,23	5,57
	10	4,24	9,53	3,23	5,58
30°C	1	4,24	9,49	3,22	5,56
	2	4,23	9,49	3,22	5,56
	3	4,22	9,47	3,21	5,55
	4	4,22	9,47	3,21	5,55
	5	4,21	9,46	3,21	5,54
	6	4,21	9,46	3,21	5,54
	7	4,21	9,46	3,21	5,54
	8	4,21	9,48	3,22	5,55
	9	4,21	9,47	3,21	5,55
	10	4,20	9,47	3,21	5,55

35°C

1	4,27	9,46	3,21	5,54
2	4,27	9,47	3,21	5,55
3	4,27	9,47	3,21	5,55
4	4,27	9,47	3,21	5,55
5	4,29	9,49	3,22	5,56
6	4,28	9,49	3,22	5,56
7	4,26	9,47	3,21	5,55
8	4,26	9,47	3,21	5,55
9	4,26	9,47	3,21	5,55
10	4,26	9,47	3,21	5,55

Anexo VI - Tabela de resultados – Leite cru, segundo dia.

Temperatura	Amostra	Gordura	Sólidos Não Gordurosos	Proteína	Lactose
15°C	1	4,02	9,43	3,20	5,52
	2	4,01	9,41	3,19	5,51
	3	4,02	9,43	3,20	5,52
	4	4,04	9,46	3,21	5,54
	5	4,03	9,46	3,21	5,54
	6	4,04	9,46	3,21	5,54
	7	4,03	9,46	3,21	5,54
	8	4,04	9,47	3,21	5,55
	9	4,02	9,44	3,20	5,53
	10	4,04	9,48	3,21	5,56
20°C	1	4,04	9,45	3,20	5,54
	2	4,02	9,43	3,20	5,52
	3	4,03	9,45	3,20	5,54
	4	4,02	9,44	3,20	5,53
	5	4,02	9,43	3,20	5,52
	6	4,03	9,45	3,20	5,54
	7	4,04	9,46	3,21	5,54
	8	4,04	9,47	3,21	5,55
	9	4,05	9,52	3,23	5,57
	10	4,05	9,52	3,23	5,57
25°C	1	4,03	9,44	3,20	5,53
	2	3,99	9,40	3,18	5,51
	3	4,00	9,41	3,19	5,51
	4	3,99	9,41	3,19	5,51
	5	3,99	9,42	3,19	5,52
	6	3,98	9,40	3,18	5,51
	7	3,98	9,41	3,19	5,51
	8	3,97	9,40	3,18	5,51
	9	3,98	9,43	3,20	5,52
	10	3,97	9,41	3,19	5,51
30°C	1	4,03	9,43	3,20	5,52
	2	4,01	9,40	3,18	5,51
	3	4,10	9,41	3,19	5,51
	4	4,00	9,40	3,18	5,51
	5	4,01	9,41	3,19	5,51
	6	4,01	9,41	3,19	5,51
	7	4,01	9,42	3,19	5,52
	8	4,00	9,40	3,18	5,51
	9	4,00	9,40	3,18	5,51
	10	4,00	9,40	3,18	5,51

35°C

1	4,06	9,46	3,21	5,54
2	4,01	9,42	3,19	5,52
3	4,00	9,41	3,19	5,51
4	4,00	9,41	3,19	5,51
5	4,01	9,42	3,19	5,52
6	4,01	9,42	3,19	5,52
7	4,02	9,43	3,20	5,52
8	4,02	9,43	3,20	5,52
9	4,01	9,42	3,19	5,52
10	4,02	9,44	3,20	5,53

Anexo VII - Tabela de resultados – Leite pasteurizado, terceiro dia.

Temperatura	Amostra	Gordura	Sólidos Não Gordurosos	Proteína	Lactose
15°C	1	2,92	10,3	4,21	5,33
	2	2,91	10,3	4,20	5,33
	3	2,89	10,3	4,20	5,32
	4	2,90	10,3	4,20	5,33
	5	2,92	10,4	4,26	5,32
	6	2,89	10,3	4,21	5,33
	7	2,85	10,2	4,11	5,32
	8	2,82	10,2	4,07	5,31
	9	2,84	10,2	4,09	5,32
	10	2,83	10,2	4,09	5,32
20°C	1	2,97	10,4	4,27	5,33
	2	2,91	10,3	4,20	5,33
	3	2,91	10,3	4,20	5,32
	4	2,92	10,3	4,20	5,33
	5	2,95	10,4	4,26	5,33
	6	2,95	10,4	4,25	5,32
	7	2,94	10,4	4,26	5,33
	8	2,91	10,3	4,21	5,33
	9	2,90	10,3	4,19	5,32
	10	2,91	10,3	4,20	5,32
25°C	1	2,87	10,2	4,10	5,32
	2	2,88	10,3	4,14	5,31
	3	2,85	10,2	4,10	5,31
	4	2,86	10,2	4,10	5,32
	5	2,86	10,2	4,10	5,32
	6	2,87	10,2	4,10	5,32
	7	2,84	10,2	4,08	5,31
	8	2,87	10,2	4,11	5,32
	9	2,86	10,2	4,10	5,32
	10	2,88	10,2	4,12	5,32
30°C	1	2,83	10,1	4,02	5,31
	2	2,80	10,1	3,98	5,30
	3	2,79	10,0	3,96	5,30
	4	2,78	10,0	3,95	5,30
	5	2,78	10,0	3,95	5,30
	6	2,77	10,0	3,93	5,31
	7	2,76	10,0	3,93	5,30
	8	2,78	10,0	3,93	5,31
	9	2,77	10,0	3,95	5,30
	10	2,79	10,0	3,96	5,30

35°C

1	2,72	10,0	3,93	5,30
2	2,71	10,0	3,95	5,30
3	2,71	10,0	3,94	5,30
4	2,70	10,0	3,93	5,30
5	2,70	10,0	3,92	5,30
6	2,72	10,0	3,94	5,30
7	2,70	10,0	3,92	5,30
8	2,72	10,0	3,94	5,30
9	2,70	10,0	3,92	5,30
10	2,71	10,0	3,93	5,30

Anexo VIII - Tabela de resultados – Leite pasteurizado, quarto dia.

Temperatura	Amostra	Gordura	Sólidos Não Gordurosos	Proteína	Lactose
15°C	1	2,85	10,00	3,93	5,30
	2	2,83	9,98	3,90	5,30
	3	2,81	9,96	3,89	5,29
	4	2,82	9,97	3,90	5,29
	5	2,82	9,97	3,90	5,29
	6	2,82	9,98	3,90	5,30
	7	2,82	9,98	3,90	5,30
	8	2,82	9,98	3,90	5,30
	9	2,81	9,96	3,89	5,29
	10	2,81	9,96	3,89	5,29
20°C	1	2,82	9,95	3,88	5,29
	2	2,81	9,94	3,87	5,29
	3	2,80	9,93	3,86	5,29
	4	2,80	9,92	3,85	5,29
	5	2,80	9,92	3,85	5,29
	6	2,80	9,93	3,86	5,29
	7	2,79	9,92	3,85	5,29
	8	2,81	9,94	3,87	5,29
	9	2,80	9,93	3,86	5,29
	10	2,80	9,94	3,87	5,29
25°C	1	2,80	9,92	3,85	5,29
	2	2,79	9,91	3,85	5,28
	3	2,78	9,89	3,83	5,29
	4	2,78	9,90	3,84	5,29
	5	2,78	9,90	3,84	5,29
	6	2,78	9,90	3,84	5,29
	7	2,78	9,90	3,84	5,29
	8	2,78	9,91	3,85	5,28
	9	2,77	9,89	3,83	5,29
	10	2,77	9,89	3,83	5,29
30°C	1	2,82	9,93	3,86	5,29
	2	2,78	9,88	3,82	5,29
	3	2,75	9,83	3,78	5,28
	4	2,76	9,85	3,79	5,29
	5	2,76	9,85	3,79	5,29
	6	2,76	9,85	3,79	5,29
	7	2,76	9,83	3,78	5,28
	8	2,76	9,84	3,79	5,28
	9	2,76	9,85	3,79	5,29
	10	2,77	9,87	3,81	5,29

35°C

1	2,81	9,92	3,85	5,29
2	2,79	9,89	3,83	5,29
3	2,78	9,87	3,81	5,29
4	2,78	9,87	3,81	5,29
5	2,78	9,87	3,81	5,29
6	2,77	9,86	3,80	5,29
7	2,79	9,89	3,83	5,29
8	2,77	9,86	3,80	5,29
9	2,79	9,90	3,84	5,29
10	2,78	9,87	3,81	5,29