

## CARACTERIZAÇÃO DA QUALIDADE DO LEITE, QUEIJO DE COALHO E MANTEIGA PRODUZIDOS EM NOSSA SENHORA DA GLÓRIA-SE

Rafaela Cristiane Andrade Santos<sup>(1)</sup>, Gabriela Barbosa Oliveira<sup>(2)</sup>, Geovane dos Santos<sup>(3)</sup>, Eline Leão Santos<sup>(4)</sup>, Narendra Narain<sup>(5)</sup>.

<sup>(1)</sup>Doutora em Biotecnologia, Professora do Instituto Federal de Sergipe, rafaela.andrade@ifs.edu.br; <sup>(2)</sup>Doutora em Biotecnologia Industrial, Professora da Universidade Federal de Sergipe, gabrielabarbosinha@yahoo.com.br; <sup>(3)</sup>Mestrando em Ciência e Tecnologia de Alimentos, Estagiário no Instituto Federal de Sergipe, geovanessantos2011@hotmail.com; <sup>(4)</sup>Graduada em Gestão Ambiental, Técnica em Alimentos e Laticínios no Instituto Federal de Sergipe, eline.leao@ifs.edu.br; <sup>(5)</sup>Doutor em Tecnologia de Alimentos, Professor da Universidade Federal de Sergipe, narendranarain@hotmail.com.

**Resumo:** O leite é o produto oriundo da ordenha completa e ininterrupta, em condições de higiene, de vacas saudáveis, bem alimentadas e descansadas. Por ser um alimento altamente nutritivo, apresentando em sua composição proteínas, lipídios, carboidratos e um elevado teor de água, é facilmente degradado pela ação de microrganismos. Devido a isso, muitos produtores tendem a adicionar substâncias ao leite com o intuito de corrigir as falhas. Sendo assim, o presente trabalho objetivou determinar o perfil físico-químico e microbiológico do leite, manteiga e queijo de coalho comercializados em Nossa Senhora da Glória-SE, bem como a pesquisa do antibiótico tetraciclina no leite e a detecção de algumas substâncias comumente empregadas como adulterantes. Utilizou-se como base a metodologia do Instituto Adolfo Lutz e os resultados foram analisados pelo teste de Tukey, ao nível de 5% de significância. A tetraciclina não foi encontrada nas amostras analisadas. Também não foi detectada a presença dos adulterantes amido, sacarose, soda cáustica e peróxido de hidrogênio. No que diz respeito à caracterização físico-química e microbiológica, nenhuma das amostras de manteiga atendeu aos requisitos exigidos pela legislação. Já as amostras de queijo de coalho atenderam à legislação tanto para os critérios físico-químicos como microbiológicos. Assim, verifica-se claramente a necessidade de fiscalização da produção, bem como a capacitação dos produtores.

**Palavras-chave:** Adulterantes, higiene, micro-or-

ganismos, tetraciclina.

**Abstract:** Milk is the product derived from complete milking and uninterrupted, in conditions of hygiene, well fed and rested healthy cows. To be a highly nutritious food, presenting on its composition proteins, lipids, carbohydrates, and a high water content, is easily degraded by the action of microorganisms. Because of this, many producers tend to add substances to milk in order to correct the flaws. Therefore, this study aimed to determine the physicochemical and microbiological profile of milk, butter and curd cheese sold in Nossa Senhora da Glória-SE, as well as research the antibiotic tetracycline in milk and detection of some substances commonly used as adulterants. Institute Adolfo Lutz was used as the base methodology, and the results were analyzed by the Tukey test at 5% level of significance. Tetracycline was not found in the samples analyzed. Was also not detected the presence of adulterants starch, sucrose, caustic soda and hydrogen peroxide. With regard to the physico-chemical and microbial characterization none of butter samples met all the requirements of the legislation. However, the samples of cheese curds attended the legislation for both physico-chemical and microbiological criteria. Thus, there is a clear need to supervise production, as well as the training of producers.

**Keywords:** Adulterants, hygiene, microorganisms, tetracycline.

## INTRODUÇÃO

O estado de Sergipe é composto por 8 Territórios: Alto Sertão, Agreste Central, Médio Sertão, Sul, Centro Sul, Grande Aracaju, Baixo São Francisco e Leste Sergipano. O município de Nossa Senhora da Glória, faz parte da região do Alto Sertão Sergipano, e é o que mais se destaca na produção de leite e derivados, sendo, no estado de Sergipe, o maior produtor de leite, o qual é proveniente, quase que em sua totalidade, de pequenas explorações de base familiar. Na referida região, existem seis agroindústrias de laticínios: duas de pequeno, duas de médio e duas de grande porte, além de 102 fabriquetas instaladas e cerca de 400 propriedades, que se destinam à fabricação caseira de manteiga e de queijos, principalmente do queijo coalho (EMDAGRO, 2011).

No entanto, um dos maiores problemas existentes na região é a falta de conhecimento das legislações vigentes, referentes à qualidade de leite e derivados lácteos. Isto resulta na baixa qualidade destes produtos, sobretudo pela ausência de tratamento térmico do leite destinado à produção de queijos e de manteiga, bem como pela ausência de condições higiênico-sanitárias na maior parte dos estabelecimentos, durante o acondicionamento das matérias-primas, o processamento e o transporte. Além disso, a situação se agrava ainda mais pela forma de comercialização destes produtos, que geralmente é feita à temperatura ambiente, dando condições suficientes para a proliferação microbiana e possibilitando a ocorrência de doenças de origem alimentar (BRASIL, 2011; ALVES et al, 2009).

No caso do leite, é comum visualizar a venda exposta ao sol, em motos e em carroças, o que reduz a qualidade e modifica a composição centesimal. Há ainda, a possibilidade de fraudes com substâncias que muitas vezes são danosas à saúde, apesar de a legislação brasileira proibir a adição de neutralizantes de acidez ou reconstituintes de densidade (BRASIL, 2011). É indiscutível, então, que se trata de um problema de saúde pública.

Diante desta situação, verificou-se a necessidade de avaliar alguns parâmetros físico-químicos, microbiológicos e cromatográficos de qualidade do

leite, do queijo e da manteiga produzidos no município de Nossa Senhora da Glória. Isto porque são produtos altamente consumidos pela população local e comercializados no estado de Sergipe como um todo, e que podem pôr em risco a saúde da população sergipana.

## MATERIAL E MÉTODOS

Foram analisadas microbiológica e físico-quimicamente, 3 amostras de queijo de coalho e 3 de manteiga artesanais comercializadas em dois grandes supermercados e em uma padaria do município de Nossa Senhora da Glória-SE. Já para o leite comercializado em veículo tipo moto, tipo carroça e em propriedade rural, além dessas análises, foi realizada pesquisa de Tetraciclina (TC) por CLAE-DAD e pesquisa de algumas substâncias adulterantes. As amostras foram coletadas na embalagem comercial própria do local de venda, armazenadas à 6° C e levadas até o laboratório de alimentos do Instituto Federal de Sergipe – Campus São Cristóvão para serem analisadas. As amostras foram estatisticamente analisadas pelo Teste de Tukey, ao nível de 5% de significância.

O teor de gordura no queijo foi determinado pelo método de Gerber e o percentual protéico pelo método de Kjeldhal. O teor de cinzas foi determinado em mufla, o de umidade por secagem em estufa a 105 °C, a acidez por titulometria, a densidade a 15 °C com o auxílio de um termolactodensímetro e a estabilidade ao álcool, com álcool a 68%. O pH do leite foi determinado em pHmetro previamente calibrado e o índice crioscópico em crioscópio eletrônico (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2005). Os carboidratos presentes no queijo foram determinados por diferença, onde os valores de proteína, gordura, cinzas e umidade foram somados e, em seguida, diminuídos de 100. Os teores de proteína, gordura e a condutividade elétrica do leite foram determinados no aparelho Lactoscan (modelo LA) previamente calibrado.

A prova do alizarol foi realizada misturando-se 2 mL de leite com 2 mL de alizarol a 75%. A soda cáustica (NAOH) foi determinada de maneira indire-

ta pela prova do alizarol (BEHMER, 1987). A detecção do peróxido de hidrogênio, sacarose e amido foi determinada de acordo com metodologia do Instituto Adolfo Lutz (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2005).

Para quantificação de coliformes totais (35°C) e termotolerantes (45 °C), utilizaram-se alíquotas de 25 + 0,2 g para o queijo e a manteiga e 25 + 0,2 mL para o leite, diluídas em solução salina peptonada a 1% até a obtenção de soluções 10-1 a 10-3. O teste presuntivo foi realizado na série de 3 tubos contendo caldo lauril sulfato triptose, incubados em estufa a 36 ± 1°C por 24 a 48 horas. Os tubos com resultado positivo foram repicados, por alçada, para tubos contendo caldo verde brilhante bile 2% lactose, incubados em estufa a 36 ± 1°C por 24 a 48 horas, para confirmação de coliformes totais, e repicados para tubos contendo caldo E. coli (EC), incubados a 44,5 °C por 24 a 48 horas, para confirmação de coliformes termotolerantes (SILVA et al, 2005).

Para as análises em CLAE-DAD e CLAE-RID, foi utilizado um equipamento da marca SHIMA-DZU munido de um degaseificador (modelo DGU-20A5), uma bomba quaternária (modelo LC-20AT), um injetor automático (modelo SIL-20A), um forno para coluna (modelo CTO-20A), um detector de arranjo diodo (modelo SPD-M20A), um detector de refração (modelo RID-10A) e um módulo de comunicação (modelo CBM-20A). Para as análises de TC no leite, foi usado como fase móvel Ácido Oxálico 0,01M: Acetonitrila: Trietilamina (90:9,9:0,1) na bomba A e Acetonitrila na bomba B, iniciando com 10%B num fluxo de 1 mL/min, passando, em 3 min para 15%B num fluxo de 0,8mL/min. Em 3,5 min, o fluxo volta a 1mL/min e em 10min retorna para 10%B (DENOBILE; NASCIMEN-TO, 2004). A coluna usada foi uma Shim-pack CLC-C8 (250mm x 4,6mm; 5µm) e o volume de injeção foi de 40µL. O comprimento de onda de análise da TC foi de 270nm e o software utilizado foi o LC Solution. A amostra foi preparada misturando-se 1 mL de leite com 0,35 mL de solução

de Ácido Tricloroacético a 80% em Acetonitrila. Levou-se ao ultrassom por 10 min, seguido do vórtex por 1 min. Então, centrifugou-se a 2500 rpm/ 10 min a 4°C e filtrou-se com um filtro de seringa de 0,45 µm. Com a finalidade de confirmar a ausência da TC no leite, preparou-se, para cada amostra, um controle fortificado com 20 µL do padrão TC (10mg/mL). Para a análise da lactose, utilizou-se, como fase móvel, a Acetonitrila 75%, num fluxo de 1mL/min, modo isocrático por 25min. A presença e quantificação da lactose foi determinada a partir do tempo de retenção referente ao padrão injetado, através de uma curva de calibração de dez pontos, variando de 0,19 a 100 mg/mL. As amostras foram preparadas misturando-se 1mL do leite com 9mL de Acetonitrila 25%. Em seguida, levou-se ao sonificador por 30min, filtrou-se com um filtro de seringa de 0,45 µm e colocou-se no vial para análise. A coluna utilizada foi a LC-NH2 (250 mmx4,6mm;5µm) e o volume injetado foi de 10µL de amostra.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados encontrados para as análises físico-químicas do leite comercializado em Nossa Senhora da Glória estão dispostos na Tabela 1. O pH é um indicador de qualidade sanitária e de estabilidade térmica do leite, tendo como principais fatores de alteração a adição de adulterantes e a proliferação microbiana. Para ser considerado normal, o pH do leite deve estar entre 6,6 e 6,8 (BRASIL, 2011). Como os leites aqui analisados apresentaram pH dentro desta faixa, pode-se dizer que são normais. A acidez relaciona-se muito bem com o pH, uma vez que são grandezas inversamente proporcionais. Como o pH do leite estava dentro da faixa considerada normal, era de se esperar que a acidez também estivesse. Para o leite convencional (15,47 °D) e orgânico (15,81 °D) produzidos na primavera, em São Paulo, o teor de acidez foi inferior ao determinado neste trabalho (FANTI et al., 2008).

**Tabela 1-** Determinações analíticas do leite comercializado no município de Nossa Senhora da Glória/SE.

Análises	Vendido na moto	Vendido na carroça	Vendido em propriedade rural	Legislação do leite cru refrigerado (IN 62/2011)
pH	6,57 ± 0,007 <sup>c</sup>	6,65 ± 0,012 <sup>a</sup>	6,62 ± 0,007 <sup>b</sup>	-
Acidez em <sup>o</sup> Dornic	18 ± 0,00 <sup>a</sup>	17 ± 0,00 <sup>b</sup>	17 ± 0,00 <sup>b</sup>	-
Prova do Alizarol	Normal	Normal	Normal	-
Estabilidade ao álcool	Estável	Estável	Estável	-
Proteína (g/100g)	3,10 ± 0,012 <sup>c</sup>	3,37 ± 0,016 <sup>a</sup>	3,33 ± 0,070 <sup>b</sup>	Mín. 2,9
Gordura (g/100g)	3,25 ± 0,007 <sup>c</sup>	3,50 ± 0,00 <sup>b</sup>	3,56 ± 0,007 <sup>a</sup>	Teor original, com mínimo de 3,0
Crioscopia (°C)	- 0,516 ± 0,00 <sup>b</sup>	- 0,529 ± 0,001 <sup>a</sup>	- 0,530 ± 0,001 <sup>a</sup>	-0,512 °C a -0,531 °C
Densidade relativa a 15 °C (g/mL)	1,0300 ± 0,000 <sup>b</sup>	1,0304 ± 0,000 <sup>a</sup>	1,0298 ± 0,000 <sup>b</sup>	1,028 a 1,034
Cinzas (g/100g)	0,71 ± 0,007 <sup>a</sup>	0,69 ± 0,007 <sup>b</sup>	0,69 ± 0,007 <sup>b</sup>	-
Lactose (g/100g)	4,51 ± 0,007 <sup>c</sup>	4,99 ± 0,010 <sup>b</sup>	5,07 ± 0,012 <sup>a</sup>	-
Condutividade (mS/cm)	4,26 ± 0,012 <sup>a</sup>	4,12 ± 0,02 <sup>b</sup>	4,13 ± 0,01 <sup>b</sup>	-
Extrato Seco (g/100g)	11,69 ± 0,007 <sup>b</sup>	12,67 ± 0,025 <sup>a</sup>	12,79 ± 0,057 <sup>a</sup>	-
Extrato Seco Desengordurado – ESD - (g/100g)	8,43 ± 0,007 <sup>b</sup>	9,17 ± 0,025 <sup>a</sup>	9,22 ± 0,059 <sup>a</sup>	Mín. 8,4%
Umidade (g/100g)	88,31 ± 0,007 <sup>b</sup>	87,33 ± 0,025 <sup>a</sup>	87,21 ± 0,057 <sup>a</sup>	-
Identificação do Amido	Negativo	Negativo	Negativo	Negativo
Identificação de Peróxido de Hidrogênio	Negativo	Negativo	Negativo	Negativo
Identificação de soda cáustica	Negativo	Negativo	Negativo	Negativo

Outra determinação analítica que casa bem com a acidez e o pH é a prova da estabilidade ao álcool, visto que um leite muito ácido apresenta um baixo pH. Em consequência da alta acidez, o leite se torna instável ao aquecimento. Isto acontece porque a caseína coagula, o que se torna visível pelo aparecimento de grumos, dando ao leite um aspecto conhecido como “talhado”. O álcool, por atuar como agente desidratante, simula bem as condições de aquecimento do leite, determinando se ele é ou não adequado para os conhecidos processos de pasteurização e esterilização, essenciais ao funcionamento dos laticínios ou, simplesmente, para a fervura caseira. Por serem estáveis ao álcool, os leites aqui avaliados poderiam tranquilamente ser submetidos aos processamentos térmicos rotineiros. A prova do alizarol também verifica a estabilidade térmica do leite, estimando sua acidez, pela mudança na coloração da solução. O leite normal submetido a esta prova apresenta uma coloração vermelho-tijolo. Como os leites aqui avaliados apresentaram esta coloração, são termicamente estáveis, confirmando os resultados obtidos para o pH, acidez e estabilidade ao álcool. Estes resultados, bem como os da densidade estão em conformidade com os encontrados por MENDES et al. (2010), para os leites comercializados em Mossoró/RN.

O teor protéico, a densidade, o índice crioscópico, o extrato seco desengordurado (ESD) e a gordura dos leites avaliados obedeceram ao que está previsto na Instrução Normativa 62 de 29 de dezembro de 2011 (BRASIL, 2011). O teor médio de gordura do leite de vacas de Minas Gerais, São Paulo e Rio de Janeiro (3,54%) (ROMA JUNIOR et al., 2009) estava próximo ao encontrado para o leite vendido na carroça e em propriedade rural. Já o teor protéico encontrado por NORO et al., (2006) no mês de novembro foi um pouco menor (3,06%), enquanto que o encontrado por Roma Júnior et al., (2009) foi um pouco maior (3,17%). Ao avaliarem o leite produzido na primavera, Fanti et al., (2008) encontraram teores de cinzas próximos, tanto para o leite convencional (0,71%) como para o orgânico (0,72%). Vale ressaltar que as variações dos parâmetros físico-químicos avaliados podem estar relacionadas

a vários fatores como, por exemplo, o estágio de lactação, a alimentação, a idade e a raça do animal.

A fraude de leites tem se tornado uma prática comum e objetiva aumentar o rendimento ou corrigir falhas de qualidade. Apesar de saberem que é um crime que pode afetar a saúde dos consumidores e que pode ser facilmente detectada, muitas pessoas ainda a cometem. Através dos resultados expostos na tabela 1, verificou-se que os produtores e/ou comercializadores de leite de Nossa Senhora da Glória-SE não adulteraram as amostras dos leites em questão. Porém, isto não quer dizer que o leite não tenha sido adulterado com outras substâncias, a exemplo do formol. Então, seria necessário realizar outras análises para obter um perfil completo das substâncias adulterantes mais comuns, para, a partir daí fazer inferências sobre a qualidade do leite. Mendes et al., (2010) e Fernandes e Maricato (2010) também obtiveram o mesmo resultado deste trabalho. De modo geral, as amostras de leite analisadas diferiram entre si ao nível de 5% de significância.

De acordo com o anexo I da Portaria nº 146 de 7 de março de 1996 (BRASIL, 1996), referente ao Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade de queijos, o queijo de coalho é considerado de média a alta umidade, o que foi confirmado através dos resultados expostos na tabela 2, incluindo-os na categoria da alta umidade, cujo intervalo varia de 46,0 a 54,90%. Ainda de acordo com a referida portaria, os queijos que apresentam teor de gordura no extrato seco entre 25 e 44,90% são considerados semigordos e os que apresentam teor entre 45 e 59,9% são considerados gordos. Desta forma, os queijos comercializados no supermercado A e na padaria estão na categoria dos semigordos, ao passo que os comercializados no supermercado B estão na categoria dos gordos. Ferreira e Filho (2008) avaliaram o queijo de coalho comercializado em Barreiros-PE e obtiveram teor médio de umidade (36,37%) muito inferior aos deste trabalho. Já o teor médio de acidez (1,47%) foi superior ao das amostras aqui analisadas, enquanto que o teor médio de cinzas (4,31%) estava bastante próximo ao determinado para o queijo vendido na padaria. NASSU et al., (2003)

também encontraram resultado similar no que diz respeito às cinzas (4,56%). O teor médio de acidez (0,3%) por eles determinado também foi superior ao deste trabalho, porém bastante inferior ao de Ferreira et al., (2008). O teor de umidade (43,77%) estava próximo ao dos queijos vendidos na padaria, o de proteínas (24,87%) próximo ao das amostras do supermercado A e o de gordura (25,61%) ligeiramente inferior ao do queijo do supermercado B.

**Tabela 2-** Determinações analíticas do queijo coalho comercializado em Nossa Senhora da Glória/SE.

Análises	Supermercado A	Supermercado B	Padaria	Legislação Portaria n° 146/ 96
Acidez em Ácido Lático (g/100 mL)	0,18 ± 0,0 <sup>a</sup>	0,09 ± 0,0 <sup>b</sup>	0,18 ± 0,0 <sup>a</sup>	-
Gordura (g/100g)	19,62 ± 0,37 <sup>b</sup>	26,40 ± 0,68 <sup>a</sup>	20,37 ± 1,04 <sup>b</sup>	-
Gordura no extrato seco (g/100g)	40,97 ± 1,18 <sup>b</sup>	52,56 ± 1,22 <sup>a</sup>	44,03 ± 2,11 <sup>b</sup>	35,0 a 60%
Proteínas (g/100g)	23,79 ± 0,14 <sup>a</sup>	19,68 ± 0,082 <sup>c</sup>	21,16 ± 0,2 <sup>b</sup>	-
Cinzas (g/100 g)	3,87 ± 0,081 <sup>c</sup>	3,96 ± 0,057 <sup>a</sup>	4,46 ± 0,01 <sup>b</sup>	-
Umidade (g/100g)	52,11 ± 0,1 <sup>b</sup>	49,77 ± 0,094 <sup>c</sup>	53,73 ± 0,17 <sup>a</sup>	46,0 a 54,9%
Carboidratos (g/100g)	0,61 ± 0,0 <sup>a</sup>	0,19 ± 0,0 <sup>c</sup>	0,27 ± 0,0 <sup>b</sup>	-

Os resultados da caracterização físico-química da manteiga encontram-se dispostos na tabela 3. Dentre os requisitos fixados pelo anexo III da Portaria n° 146/96, referente ao Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade da Manteiga, o teor de umidade da manteiga comercializada no supermercado A estava ligeiramente superior ao exigido, o que pode ter ocorrido por uma malaxagem insuficiente para reduzir o teor de umidade a níveis aceitáveis. Além disso, as manteigas comercializadas na padaria e no supermercado B também estavam em desacordo com o que estabelece a legislação para o extrato seco desengordurado.

**Tabela 3-** Determinações analíticas da manteiga comercializada no município de Nossa Senhora da Glória/SE.

Análises	Supermercado A	Supermercado B	Padaria	Legislação Portaria n° 146/ 96
Acidez (g/100g)	0,51 ± 0,010 <sup>a</sup>	0,49 ± 0,006 <sup>a</sup>	0,48 ± 0,008 <sup>a</sup>	Máx. 3
Cinzas (g/100 g)	1,45 ± 0,021 <sup>b</sup>	1,43 ± 0,072 <sup>b</sup>	1,92 ± 0,057 <sup>a</sup>	-
Identificação de soda cáustica	Negativo	Negativo	Negativo	Negativo

Silva et al., (2009) avaliaram a qualidade de manteigas de várias marcas comercializadas em Viçosa-MG e verificaram que, assim como as comercializadas em Nossa Senhora da Glória, nenhuma atendia a todos os requisitos de qualidade estabelecidos pela legislação. As amostras analisadas, com exceção da acidez, foram significativamente distintas entre si, no que diz respeito ao Teste de Tukey, ao nível de 5% de significância.

A presença de microrganismos nos alimentos é uma questão de saúde pública, pois muitas doenças são veiculadas por alimentos e podem causar sérios danos à integridade física do consumidor. A caracterização microbiológica, com relação à presença de coliformes a 35 °C e a 45 °C, no leite, no queijo coalho e na manteiga comercializados em Nossa Senhora da Glória encontra-se disposta nas Tabelas 4, 5 e 6, respectivamente.

**Tabela 4- Caracterização microbiológica do leite comercializado em Nossa Senhora da Glória/SE.**

Análises	Vendido na moto	Vendido na carroça	Vendido em propriedade rural
Coliformes a 35°C (NMP/mL)	1,1x10 <sup>3</sup>	2,3x10	7,0
Coliformes a 45 °C (NMP/mL)	< 3,0	< 3,0	< 3,0

A IN 62 não possui critérios de aceitação microbiológica para coliformes no leite cru refrigerado. Entretanto, levando-se em consideração a presença de coliformes a 45 °C no leite pasteurizado, produzido a partir do leite cru refrigerado, a IN 62 diz que o limite de aceitabilidade é de até 1,0 NMP/g e o de inaceitabilidade é a partir de 2,0 NMP/g. Como a concentração de coliformes a 45 °C nas amostras deste trabalho foi baixa (< 3,0), uma pasteurização corretamente aplicada, certamente reduziria a concentração a níveis aceitáveis pela legislação.

Alves et. al, (2009) analisaram o leite cru comercializado em São Luís/MA e encontraram valores que variaram de < 3,0 a > 107 NMP/mL para coliformes a 35 °C e a 45 °C. Entretanto, a maior parte dos resultados estava na faixa superior a 107 NMP/mL. Isto significa que as condições higiênico-sanitárias eram muito mais precárias do que as do município de Nossa Senhora da Glória. Menezes et al., (2015) ao avaliarem a qualidade microbiológica do leite cru produzido no norte de Minas Gerais, en-

contraram, para coliformes a 45 °C, independente da época do ano, uma média de 0,25x10<sup>2</sup> NMP/mL, valor muito superior aos determinados neste trabalho. Sequetto et. al., (2017) avaliaram amostras de leite cru refrigerado de propriedades rurais da zona da mata mineira. Das dez amostras analisadas, apenas duas não apresentaram coliformes totais. Das 8 amostras contaminadas com coliformes totais, seis apresentaram-se positivas para a E. coli.

O queijo coalho deve obedecer ao critério de aceitação microbiológica dos queijos de médio a alto teor de umidade, de acordo com o anexo II da portaria n° 146/96, referente ao Regulamento Técnico Geral para a Fixação dos Requisitos Microbiológicos de Queijo. Segundo o regulamento, a faixa de aceitabilidade do queijo para coliformes a 35 °C é de até 5x10<sup>3</sup> NMP/g. Já para os coliformes a 45 °C, o limite de aceitabilidade é de 103 NMP/g. De acordo com a tabela 5, todas as amostras, tanto para os coliformes a 35 °C como a 45 °C estão de acordo com o estabelecido pela legislação.

**Tabela 5- Caracterização microbiológica do queijo coalho comercializado em Nossa Senhora da Glória/SE.**

Análises	Supermercado A	Supermercado B	Padaria
Coliformes a 35°C (NMP/g)	1,1x10 <sup>3</sup>	< 3,0	1,1x10 <sup>3</sup>
Coliformes a 45 °C (NMP/g)	< 3,0	< 3,0	< 3,0

A qualidade microbiológica do queijo de coalho comercializado no mercado central de Aracaju foi avaliada por Santana et. al, (2008) e os resultados encontrados variaram de  $8 \times 10^2$  a  $1,23 \times 10^4$  NMP/g e de  $2,72 \times 10^2$  a  $1,12 \times 10^3$  NMP/g, respectivamente, para coliformes a 35 °C e a 45°C. Os valores para coliformes a 35 °C estão de acordo com os encontrados para o supermercado A e para a padaria. Porém, comparando-se com os dados aqui obtidos para coliformes a 45 °C, os valores por eles encontrados foram muito mais elevados.

Bezerra et al., (2017) avaliaram a qualidade do queijo de coalho comercializado em feiras livres de Sousa, na Paraíba. Das vinte amostras analisadas, dezenove apresentaram contagem maior que 1.100 para coliformes a 35°C e para coliformes a 45 °C, sete amostras apresentaram valores acima do permitido pela legislação vigente. Dantas et al., (2013) encontraram condições mais precárias que as deste trabalho, ao avaliarem queijo de coalho da cidade de Patos/PB. Doze amostras foram analisadas e todas elas apresentaram contaminação acima do per-

mitido pela legislação tanto para coliformes totais como para os termotolerantes. Isto demonstra a precariedade das condições de processamento, transporte e, principalmente, da comercialização. Nos estabelecimentos onde os queijos de coalho foram coletados para a realização desta pesquisa (supermercados e padaria), todos eles encontravam-se sob estocagem refrigerada, o que auxilia na redução do crescimento microbiano bem como favorece o aumento da vida de prateleira.

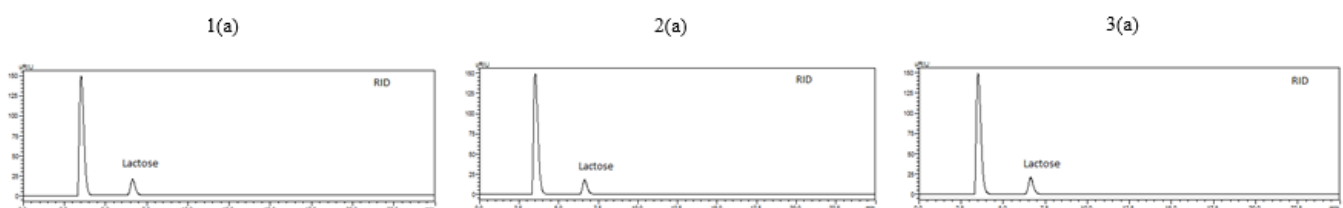
O regulamento técnico de identidade e qualidade da manteiga (portaria nº 146/96) fixou como critério de aceitação microbiológica para os coliformes a 35 °C, um NMP/g de no máximo 10,0. Para ser considerada como inaceitável, o NMP/g deve ser superior a 100. Ao analisar a tabela 6 pôde-se verificar que as manteigas objeto deste estudo estão, de acordo com a legislação, impróprias para o consumo. Com relação aos coliformes a 45 °C, a referida portaria relata que para ser aceitável, a manteiga deve conter menos que 3 NMP/g, conforme os valores determinados neste trabalho.

**Tabela 6-** Caracterização microbiológica da manteiga comercializada em Nossa Senhora da Glória/SE.

Análises	Supermercado A	Supermercado B	Padaria
Coliformes a 35°C (NMP/g)	$4,6 \times 10^2$	$1,1 \times 10^3$	$1,1 \times 10^3$
Coliformes a 45 °C (NMP/g)	< 3,0	< 3,0	< 3,0

A Figura 1 mostra o perfil cromatográfico da lactose presente nas amostras de leite cru. A detecção da lactose é determinada pelo tempo de retenção. Já a quantificação é determinada em função da área do pico e é calculada pela equação da reta da curva de calibração da lactose.

A área do pico da lactose no cromatograma 3(a) é ligeiramente maior que a área do 1(a) e maior que a do 2(a). As concentrações da lactose foram calculadas e os valores foram de respectivamente, 8,96, 7,97 e 9,05 mg/mL, para o leite comercializado em veículo tipo moto, em veículo tipo carroça e em propriedade rural.

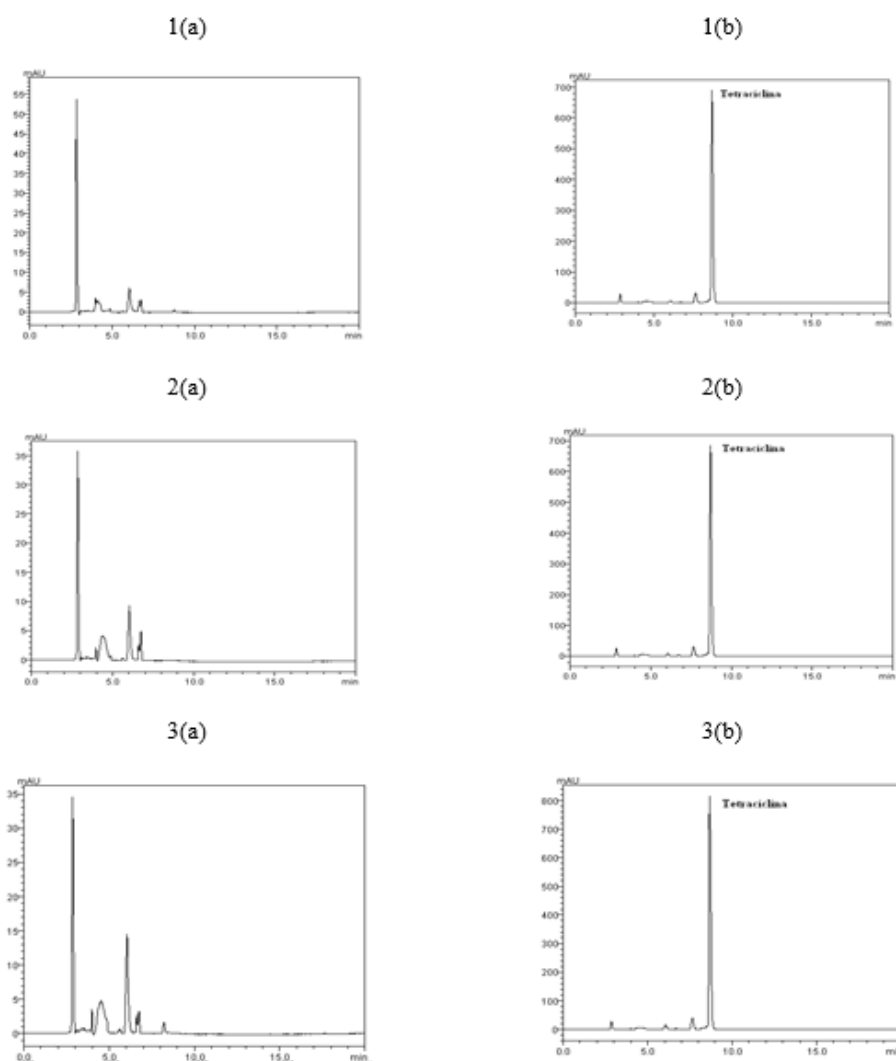


**Figura 1:** Perfil cromatográfico da lactose no leite comercializado em Nossa Senhora da Glória-SE. 1(a) veículo tipo moto; 2(a) veículo tipo carroça; 3(a) propriedade rural.



A Figura 2 mostra claramente que as amostras de leite aqui analisadas diferem entre si em termos de composição química. Além disso, não estavam contaminadas com a TC, o que foi comprovado pela comparação com os cromatogramas 1(b), 2(b) e 3(b). A fortificação destas amostras com o padrão da TC serviu ainda para mostrar onde ela saíria (tempo de retenção), caso as amostras 1(a), 2(a) e 3(a) estivessem contaminadas.

A ausência da TC nas amostras analisadas é um ponto positivo, pois sua presença pode causar reações alérgicas no homem, bem como inibir o crescimento dos fermentos lácteos utilizados para a produção de derivados do leite. Vale ressaltar que este não é o único antibiótico que pode estar presente no leite, o que implica dizer que estudos mais detalhados precisam ser realizados. Fritz e Zuo (2007) analisaram 14 amostras de leite e apenas uma estava contaminada com TC na concentração de 0,044 µg/mL.



**Figura 2:** Perfil cromatográfico da tetraciclina no leite. Cromatogramas 1(a), 2(a) e 3(a): amostras comercializadas, respectivamente, em veículo tipo moto, carroça e em propriedade rural. Cromatogramas 1(b), 2(b) e 3(b): fortificação com TC (10 mg/mL).

## CONCLUSÕES

No tocante à caracterização físico-química, as amostras de leite cru enquadram-se no que estabelece a legislação. Apesar de não ter sido detectada a presença de amido, peróxido de hidrogênio, sacarose e soda cáustica, deve-se realizar a pesquisa de outros adulterantes bem como de outros antibióticos. As amostras de queijo de coalho podem ser consideradas de boa qualidade, pois atendem a todos os critérios exigidos pela legislação. Já para as amostras de manteiga, faz-se necessário realizar um curso de capacitação sobre boas práticas de fabricação, para os produtores, a fim de que todas as amostras se enquadrem nos parâmetros estabelecidos pela legislação.

## AGRADECIMENTOS

Aos laticínios Natville, Irmãos Santos e Natulact, aos Departamentos de Tecnologia de Alimentos, de Zootecnia e ao Laboratório de Flavor da UFS pela colaboração. Ao Instituto Federal de Sergipe pela oportunidade de realização deste trabalho.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALVES, L. M. C.; AMARAL, L. A.; CORRÊA, M. do R.; SALES, S. S. **Qualidade microbiológica do leite cru e de queijo de coalho comercializados informalmente na cidade de São Luís-MA.** *Pesq. Foco.* 2009; 17: 1-13.

BEHMER, M. L. A. **Tecnologia do leite: leite, queijo, manteiga, caseína, iogurte, sorvetes e instalações: produção, industrialização, análise.** São Paulo: Livraria Nobel; 1987.

BEZERRA, D. E. L.; FILHO, C. R. M. da S.; GOMES, D. J.; JUNIOR, E. B. P. **Avaliação microbiológica de queijo de coalho comercializado na feira livre de Sousa-Paraíba.** *Revista Principia*, n. 37, 2017.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. **Instrução normativa 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 do leite pasteurizado e o regulamento técnico da coleta de leite cru refrigerado e seu transporte a granel.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. **Portaria nº 146 de 07 de março de 1996.** Regulamento Técnicos de Identidades e Qualidades de Produtos Lácteos.

DANTAS, D. S.; ARAÚJO, A. M. de; SANTOS, J. O. de; SANTOS, R. M. de S.; RODRIGUES, O. G.. **Qualidade microbiológica do queijo de coalho comercializado no município de Patos, Estado da Paraíba.** *Revista Agropecuária Científica do Semiárido*, v. 9, n. 3, p. 110-118, 2013.

DENOBILE, M.; NASCIMENTO, E. S. **Validação de método para determinação de resíduos dos antibióticos oxitetraciclina, tetraciclina, clortetraciclina e doxiciclina, em leite, por cromatografia líquida de alta eficiência.** *Rev. Bras. Cienc. Farmac.* 2004; 40: 209-218.

EMDAGRO. Empresa de Desenvolvimento Agropecuário de Sergipe. **Determinação do perfil sócio econômico das unidades produtoras de derivados do leite – fabriquetas, localizadas no Território do Alto Sertão Sergipano.** Nossa Senhora da Glória, 2011.

FANTI, M. G. N.; ALMEIDA, K. E.; RODRIGUES, A. M.; SILVA, R. C.; FLORENCE, A. C. R.; GIOIELLI, L. A.; OLIVEIRA, M. N. de. **Contribuição ao estudo das características físico-químicas e da fração lipídica do leite orgânico.** *Cienc. Tecnol. Aliment.* 2008; 28:259-265.

FERNANDES, V. F.; MARICATO, E. **Análises físico-químicas de amostras de leite cru de um laticínio em Bicas-MG.** *Rev. Inst. Latic.: “Cândido Tostes”.* 2010; 65: 3-10.

FERREIRA, W. L.; FILHO, J. R. F. **Avaliação da qualidade físico-química do queijo coalho comercializado no município de Barreiros-PE.**

Rev. Bras. Tecn. Agroin. 2008; 2:127-133.

FRITZ, J. W.; ZUO, Y. **Simultaneous determination of tetracycline, oxytetracycline, and 4-epitetracycline in milk by high performance liquid chromatography.** Food Chem. 2007; 105: 1297-1301.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz.** São Paulo: Instituto Adolfo Lutz; 2005.

MENDES, C. de G.; SAKAMOTO, S. M.; SILVA, J. B. A. da; JÁCOME, C. G. de M.; LEITE, A. I. **Análises físico-químicas e pesquisa de fraude no leite informalmente comercializado no município de Mossoró-RN.** Ci. Anim. Bras. 2010; 11: 349-356.

MENEZES, I. R.; ALMEIDA, A. C. de; MORÃO, R. P.; REIS, S. V.; SANTOS, C. A. dos; LOPES, I. L. N. **Qualidade microbiológica do leite cru produzido no Norte de Minas Gerais.** Rev. Bras. Ci. Veter, v. 22, n. 1, p. 58-63, 2015.

NASSU, R. T.; ARAÚJO, R. S.; GUEDES, C. G. M.; ROCHA, R. G. A. **Diagnóstico das condições de processamento e caracterização físico-química de queijos regionais e manteiga no Rio Grande do Norte.** Embrapa: Boletim de Pesquisa e desenvolvimento online. 2003.

NORO, G.; GONZÁLEZ, F. H. D.; CAMPOS, R.; DURR, J. W. **Fatores ambientais que afetam a produção e a composição do leite em rebanhos assistidos por cooperativas no Rio Grande do Sul.** Rev. Bras. Zoot. 2006; 35: 1129-1135.

ROMA JUNIOR, L. C.; MONTOYA, J. F. G.; MARTINS, T. T.; CASSOLI, L. D.; MACHADO, P. F. **Sazonalidade do teor de proteína e outros componentes do leite e sua relação com programa de pagamento por qualidade.** Arq. Bras. Med. Vet. Zoot. 2009; 61:1411-1418.

SANTANA, R. F.; SANTOS, D. M.; MARTINEZ, A. C. C.; LIMA, A. S. **Qualidade microbiológica de queijo-coalho comercializado em Aracaju-SE.** Arq. Bras. Med. Vet. Zoot. 2008; 60: 1517-1522.

SEQUETTO, P. L.; ANTUNES, A. dos S.; NUNES, A. S.; ALCANTARA, L. K. S.; REZENDE, M. de A. R.; PINTO, M. A. de O.; FONTES, G. G.; HÚNGARO, H. M. **Avaliação da qualidade microbiológica de leite cru refrigerado obtido de propriedades rurais da zona da Mata Mineira.** 2017

SILVA, C. A.; LEITE, M. O.; VINHA, M. B.; BRANDÃO, S. C. C.; PINTO, C. L. O.; CARVALHO, A. F. **Estudo da qualidade de manteigas por fosfatase alcalina e análises físico-químicas.** Rev. Inst. Latic. "Cândido Tostes". 2009; 64: 42-47.

SILVA, N. da; JUNQUERA, V. C. A; SILVEIRA, N. F. de A. **Manual de métodos de análise microbiológica de alimentos.** São Paulo: Livraria Varela; 2005.