

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ
CURSO SUPERIOR DE TECNOLOGIA EM ALIMENTOS

FELIPE GARVES
NATALIA DE MORAIS LEITE

**AVALIAÇÃO DO EFEITO DO ULTRA-SOM NA ANÁLISE FÍSICO-QUÍMICA
DO LEITE**

TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

LONDRINA
2013

FELIPE GARVES
NATALIA DE MORAIS LEITE

**AVALIAÇÃO DO EFEITO DO ULTRA-SOM NA ANALISE FISICO-QUIMICA DO
LEITE**

Trabalho de Conclusão de Curso de graduação, apresentado à disciplina Trabalho de Conclusão de Curso 2 do Curso Superior de Tecnologia em Alimentos, da Universidade Tecnológica Federal do Paraná – UTFPR, câmpus Londrina, como requisito parcial para obtenção do título de Tecnólogo em Alimentos.

Orientadora: Prof. Dra. Marly Sayuri Katsuda

LONDRINA
2013

TERMO DE APROVAÇÃO

AVALIAÇÃO DO EFEITO DO ULTRA-SOM NA ANÁLISE FÍSICO-QUÍMICA DO LEITE

FELIPE GARVES
NATALIA DE MORAIS LEITE

Este Trabalho de Conclusão de Curso foi apresentado(a) em 18 de abril de 2013 como requisito parcial para a obtenção do título de Tecnólogo em Alimentos. Os candidatos foram arguidos pela Banca Examinadora composta pelos professores abaixo assinados. Após deliberação, a Banca Examinadora considerou o trabalho aprovado.

Marly Sayuri Katsuda
Prof.(a) Orientador(a)

Lyssa Setsuko Sakanaka
Membro titular

Caroline Maria Calliari
Membro titular

Dedicamos este trabalho a Deus; à nossa família pelos momentos de ausência; à Entelbra pelo empréstimo do material; e à nossa orientadora pela paciência e dedicação.

RESUMO

GARVES, Felipe; LEITE, Natalia de Moraes. **Avaliação do efeito do ultra-som na análise físico-química do leite**. 2013. 25 f. Trabalho de Conclusão de Curso (Tecnologia em Alimentos) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Londrina, 2013.

O presente projeto propôs avaliar as limitações do período de calibração do analisador de leite por ultra-som na caracterização físico-químicas do mesmo. O estudo consistiu na calibração do equipamento utilizando leite pasteurizado, seguido de comparação do desempenho do analisador Lactoscan SLP (ultra-som) por um período de seis meses de funcionamento. A avaliação do desempenho consistiu na comparação da determinação da composição físico-química do leite determinado pelo equipamento ao método oficial, bem como sua estabilidade analítica durante este período de estudo. Os parâmetros físico-químicos em estudo foram gordura, extrato seco desengordurado, densidade, índice crioscópico, cinzas, proteína e lactose. Com a realização deste estudo verificou-se que o parâmetro onde houve maior precisão nas análises comparativas foi a densidade, já os outros parâmetros, comparativamente, não apresentaram tanta veracidade ou precisão entre seus valores.

Palavras-chave: Calibração. Lactoscan LSP. Leite pasteurizado. Análises físico-químicas.

ABSTRACT

GARVES, Felipe; LEITE, Natalia de Moraes. **Evaluation of the effect of the ultrasound on the physicochemical analysis of the milk.** 2013. 25 pg. Trabalho de Conclusão de Curso (Tecnologia em Alimentos) - Federal Technology University - Parana. Londrina, 2013.

The present paper proposed evaluating the calibration period limitations of the ultrasonic milk analyzer on its physicochemical characterization. The study constituted on the equipment's calibration using pasteurized milk followed by performance comparison of the Lactoscan SLP analyzer (ultrasonic analyzer), for a period of six months of operation. The performance evaluation consisted in comparing the milk's physicochemical composition determined by the equipment, with the official analysis methods, as well as its analytical stability during the study period. The studied physicochemical parameters were: fat, fat free dry extract, density, cryoscopic index, ashes, protein and lactose. It has been verified with the performance of this study that density was the parameter where more precision was observed. The other parameters have not shown the same amount of accuracy or precision between its values

Keywords: Lactoscan SLP. Milk quality . Ultrasonic analysis . Physicochemical analysis. Calibration.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Ultra-som Lactoscan SLP Entelbra.....	16
Figura 2 Ilustração do procedimento de padronização do teor de gordura de leite pelo método de quadrado de Pearson.....	18

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 - Requisitos físicos e químicos estabelecidos na Instrução Normativa no51 para o leite cru.....	13
Quadro 2 - Características técnicas do analisador de leite por ultra-som Lactoscan do modelo SLP.....	15

LISTA DE ANEXOS

Anexo 1- Técnica de calibração do Lactoscan LSP.....	13
------------------------------------------------------	----

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Médias e desvios- padrão dos parâmetros físico-químicos das amostras de leite cru com variadas concentrações de gordura sem adição de reconstituintes determinados pelo ultra-som e método oficial.....	21
Tabela 2 – Médias e desvios- padrão dos parâmetros físico-químicos das amostras de leite cru com variadas concentrações de gordura sem adição de reconstituintes determinados pelo ultra-som antes e após a calibração.....	23

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	12
2 OBJETIVOS	13
2.1 OBJETIVO GERAL.....	13
2.2 OBJETIVO ESPECÍFICO.....	13
3 REFERENCIAL TEÓRICO	15
3.1 LEITE.....	15
3.2 ANALISADOR DE LEITE PELO PRINCÍPIO DO ULTRA-SOM.....	15
3.2.1 Calibração do Ultra-som.....	17
4 MATERIAIS E MÉTODOS	19
4.1 MATERIAL EM ESTUDO.....	19
4.2 MÉTODOS.....	19
4.2.1 Análise de gordura.....	19
4.2.2 Análise de densidade.....	19
4.2.3 Análise de proteína.....	20
4.2.4 Análise de extrato seco total e desengordurado.....	21
4.2.5 Análise de lactose.....	21
4.2.6 Procedimentos da calibração do analisador de leite por ultrassom.....	21
4.3 TRATAMENTO DOS DADOS.....	22
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	23
5.1 RESULTADOS DOS DADOS OBTIDOS PELO MÉTODO OFICIAL EM COMPARAÇÃO COM AS ANÁLISES DO ULTRA-SOM NÃO CALIBRADO.....	23
5.2 COMPARAÇÃO DOS RESULTADOS OBTIDOS DO ULTRA-SOM ANTES E APÓS A CALIBRAÇÃO.....	24
6 CONCLUSÃO	26
REFERÊNCIAS	27
ANEXO 1	28

1 INTRODUÇÃO

A produção de leite e derivados compreende uma importante fatia da economia nacional, bem como é uma atividade que vem sendo praticada há muito tempo no país; fato que culminou numa evolução tanto das etapas utilizadas para obtenção e industrialização do leite e derivados, quanto nas análises quantitativas e qualitativas feitas atualmente.

Tais análises, apesar de serem de fácil execução, exigem mão de obra especializada e utilização de reagentes, além de ser uma atividade morosa. Com relação a isso, acredita-se que estudos baseados em tal atividade são de suma importância para a evolução dos métodos e padrões de análise do leite e, conseqüentemente, para a melhoria na qualidade do produto e derivados (PONSANO et al., 2007).

Então, apresenta-se neste trabalho o ultra-som modelo SLP da Entelbra (2011), um equipamento simples, portátil e de baixo custo empregado em alimentos desde 1961, que utiliza ondas de som de alta frequência para obter os resultados físico-químicos do leite em um tempo de um minuto. Além disso, durante a realização das análises, observou-se a importância de calibrar o equipamento para obter maior veracidade nos resultados, onde, as análises realizadas foram gordura, proteína, extrato seco total e desengordurado e lactose.

Neste trabalho, portanto, avaliou-se a eficiência do analisador ultrassônico de leite e de sua calibração na determinação dos parâmetros físico-químicos dessa matéria-prima na forma pasteurizada e esterilizada. Este estudo pretende contribuir com as indústrias sobre a importância de calibrar periodicamente o equipamento para garantir a segurança dos resultados analíticos obtidos pelo aparelho comparado aos métodos oficiais.

2 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GERAL

Avaliar a eficiência do analisador de leite por ultra-som levando em consideração as condições de calibração e periodicidade desse procedimento.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Efetuar a calibração do analisador por ultra-som pelo método rápido;
- Comparar a metodologia de calibração da empresa como o método analítico tradicional;
- Avaliar a eficiência do processo de calibração da empresa ao longo de seis meses de funcionamento.

3 REFERENCIAL TEÓRICO

3.1 LEITE

O leite é um dos alimentos de alto valor nutritivo, pois contém em sua composição nutrientes essenciais, como proteínas, gorduras, minerais e açúcares, para a manutenção de uma vida saudável. Além disso, este produto deve ser apresentado ao consumidor livre de micro-organismos patogênicos. (ASSIS; FARIA e RODRIGUES, 2007 apud VASCONCELLOS, 2009).

Segundo o Regulamento de Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal (RIISPOA) “entende-se por leite, sem outra especificação, o produto oriundo da ordenha completa, ininterrupta, em condições de higiene, de vacas saudas, bem alimentadas e descansadas (BRASIL, 1997).”

Com relação a isso, as indústrias e produtores de laticínios estão desenvolvendo, cada vez mais, maneiras para adulterar esse produto com o objetivo de aumentar a rentabilidade (VILELLA, 2007). Utilizam assim, agentes adulterantes no leite, como soro de leite, água e álcool, que modificam os teores de densidade e gordura do mesmo, porém que estes agentes podem ser detectados através das análises físico-químicas (NAZÁRIO et. al, 2009). Além disso, fatores como temperatura de armazenamento, higiene, manejo do rebanho também afetam a qualidade da matéria-prima (VIEIRA; KANEYOSHI; FREITA, 2007).

Devido a estes fatores, a Instrução Normativa nº 51 (IN 51) do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento - MAPA preconiza que o leite cru produzido no Brasil deve passar por um monitoramento, através de análises, com o objetivo de avaliar a qualidade do mesmo. Para atender todos os requisitos propostos pela legislação, o leite é exposto a uma série de análises como determinação de gordura, densidade, extrato seco total e desengordurado, acidez, proteína, lactose, água adicionada, temperatura, ponto de congelamento, pH e prova do álcool-alizarol. A Instrução Normativa nº 51 (IN 51), portanto, determinou os seguintes requisitos físico-químicos descritos para obter um padrão do leite (quadro 1) (Brasil, 2002).

Requisitos	Limites	Métodos de análises*
Matéria Gorda, g /100 g	Teor Original, com o mínimo de 3,0	FIL 1C: 1987
Densidade relativa A 15/15°C g/MI	1,028 a 1,034	LANARA/MA, 1981
Acidez titulável, g ácido láctico/100 mL	0,14 a 0,18	LANARA/MA, 1981
Extrato seco desengordurado, g/100 g	mín. 8,4	FIL 21B: 1987
Índice Crioscópico	máximo - 0,530°H (equivalente a -0,512°C)	FIL 108 A: 1969
Proteínas, g /100g	mín. 2,9	FIL 20 B: 19

Quadro 1 - Requisitos físico e químicos estabelecidos na Instrução Normativa nº51 para o leite cru

Fonte: BRASIL, 2002

* todos os métodos estabelecidos acima são métodos de referência, podendo ser utilizados outros métodos de controle operacional, desde que conhecidos os seus desvios e correlações em relação aos respectivos métodos de referência

De acordo com Ponsano et al (2007), para atender toda a legislação e contemplar todas as amostras, a frequência de realização das análises tendem a aumentar, o que requer resultados precisos em pouco tempo e, portanto, há a necessidade de equipamentos desenvolvidos para suprir a demanda. É importante ressaltar que este método oficial também requer tempo e mão-de-obra qualificada, além da periculosidade com a utilização de reagentes.

Em virtude da necessidade de equipamentos que atendem a essa exigência, pesquisas de criação e desenvolvimento de procedimentos analíticos automatizados, mais rápidos e precisos, dentre as quais tem sido desenvolvida a tecnologia ultrassônica, que parte do princípio de absorção do som, alterando sua frequência. Este equipamento já é utilizado na indústria para determinar análises físico-químicas do leite (PONSANO et al., 2007).

3.2 ANALISADOR DE LEITE PELO PRINCÍPIO DO ULTRA-SOM

O ultra-som se caracteriza como um equipamento simples, portátil, leve, de baixo custo, pequeno e não-destrutivo, empregado em alimentos há 60 anos em

análises físico-químicas do leite, além disso, também é utilizado para conservação de alimentos (MCCLEMENTS, 1995). O equipamento utilizado para realizar este trabalho é o Lactoscan SLP da Entelbra (2011), semelhante ao da Figura 1. O aparelho tem a capacidade de realizar 60 amostras por hora, sendo que cada amostra pode ser analisada em 60 segundos. Ademais, possui a vantagem de não necessitar de computador e utilizar pequena quantidade de amostra, em média 5 mL, sendo que essas podem ser:

- Leite de vaca
- Soro de Leite
- Leite Integral
- Leite de cabra
- Leite de búfala
- Leite desnatado
- Leite flavorizado



Figura 1 - Ultra-som Lactoscan SLP (Entelbra)

Fonte: Entelbra – Indústria Eletrônica (2011)

Ainda segundo McClements (1995), a indústria de alimentos está se tornando cada vez mais consciente sobre a importância de desenvolver novas técnicas de análise para estudo de alimentos, e acrescenta que o ultra-som tem um grande potencial para realizar análises de composição dos alimentos.

O equipamento utiliza ondas de som de alta frequência para obter os resultados, sendo que, primeiramente, usa a velocidade da onda de ultra-som em água que aumenta a temperatura da amostra até aproximadamente 75°C, assim, os sólidos presentes na água irão aumentar a frequência do som, apontando a

quantidade de sólidos solúveis. Já no caso da gordura, a velocidade do som diminuirá, aumentando a faixa de temperatura (VENTUROSOSO, 2007).

Além disso, acoplado as amostras no equipamento, ele suga as mesmas medindo os seguintes parâmetros:

Parâmetros	Faixas de medida	Precisão
Gordura	de 0,01% a 25%	± 0,1%
Extrato seco	de 3% a 15%	± 0,15%
Densidade	de 1015 a 1160 kg/m ³	± 0,3 kg/m ³
Proteína	de 2% a 7%	± 0,15%
Lactose	de 0,01% a 6%	± 0,2%
Água adicionada	de 0% a 70%	± 3%
Temperatura da amostra	de 1 a 40°C	± 1%
Ponto de congelamento	de -0,4°C a -0,7°C	± 0,001%
Sólidos	de 0,4% a 1,5%	± 0,05%

Quadro 2 - Características técnicas do analisador de leite por ultra-som Lactoscan do modelo SLP.

Fonte: Entelbra, 2011.

3.2.1 Calibração do Ultra-som

Sabe-se que é muito importante efetuar a calibração de qualquer aparelho, principalmente quando este está relacionado com controle de qualidade de alimentos, pois assim, obtêm-se resultados mais precisos.

A padronização do teor de gordura poderia ser realizada pelo quadrado de Pearson onde se dosa a quantidade de leite desnatado com o creme de leite. Na calibração do equipamento foi necessário utilizar leite gordo, o qual foi padronizado para um teor de 5,0% de gordura, e um leite magro padronizado para 1% de gordura. Essa padronização de gordura foi feita através do quadrado de Pearson, onde foi calculada a quantidade do leite gordo e magro obtido na propriedade na qual o leite foi produzido (Figura 3; AMIOT, 1991).

Então, são estabelecidos os valores máximos e mínimos de cada parâmetro a partir de uma amostra de leite confiável, ou seja, leite de boa procedência sem adição de agentes adulterantes.

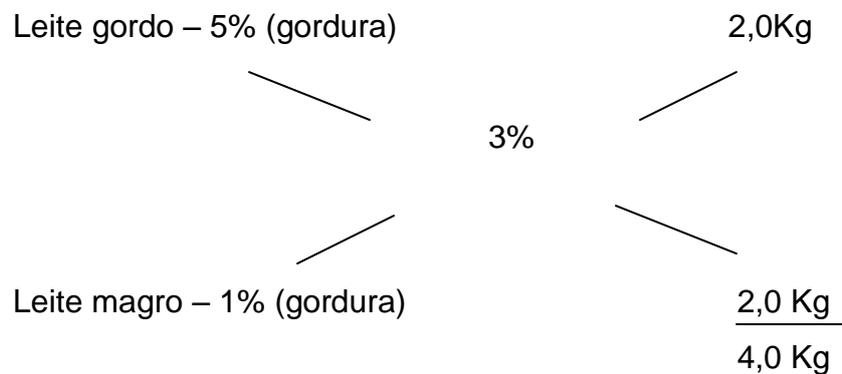


Figura 2 – Ilustração do procedimento de padronização do teor de gordura de leite pelo método de quadrado de Pearson.

Fonte: AMIOT, 1991

Segundo o manual do aparelho (Entelbra), é de extrema relevância seguir os parâmetros laboratoriais corretamente, pois a incoerência acarretará a erros nos resultados calculados pelo aparelho. O equipamento vem calibrado e testado da empresa, contudo foram observadas diferenças e falta de precisão dos valores em alguns casos. Tanto em comparação entre os equipamentos em si, quanto se compararmos os valores obtidos com as análises oficiais com os dados conseguidos pelos aparelhos ultrassônicos.

Por isso acreditou-se ser necessário verificar a eficiência da calibração dos equipamentos ultrassônicos para que futuramente as análises pudessem ser feitas com mais tranquilidade e confiança. Seguindo esta linha de raciocínio, Venturoso (2007) expõe em seu artigo que

O aparelho de ultra-som configura-se como um bom método, porém as análises por métodos oficiais não devem ser abandonadas. Faz-se necessário construir-se um estudo como o descrito neste artigo, para poder identificar as limitações do aparelho e poder, então, calibrá-lo da melhor forma possível.

Devido a esses motivos, apresenta-se neste trabalho a importância da calibração do ultra-som Lactoscan SLP realizando análises físico-químicas tradicionais no leite de vaca e comparando com os resultados do equipamento.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 MATERIAL EM ESTUDO

Foi utilizado no estudo leite integral 'in natura', cedido pela propriedade De Leite, produtora de leite tipo A, na região de Londrina – PR e leite UHT das seguintes marcas A, B e C. Em ambos os casos estavam disponíveis leites gordo e magro para que, dessa forma, haja uma maior veracidade e segurança nas análises realizadas. Os padrões de leite gordo e magro referidos neste trabalho foram 3% e 2% de gordura, respectivamente. Além do leite, as análises foram conduzidas no equipamento ultrassônico Lactoscan *Milk Analyser*, da marca Milkotronic®, modelo SLP, foi cedido gentilmente pela empresa Entelbra Indústria Eletrônica, localizada em Londrina-PR. As análises oficiais foram realizadas nos laboratórios da UTFPR – Câmpus Londrina.

4.2 MÉTODOS

Foram realizadas análises, utilizando o método oficial, de gordura, densidade, proteína, extrato seco total e lactose em três replicadas e posteriormente as análises com o ultra-som, onde essas foram realizadas em nove replicadas para obter a média, e por fim, análises após a calibração do equipamento.

4.2.1 Análise de gordura

A análise de gordura foi feita pelo método oficial utilizando-se o butirômetro de Gerber, onde foram analisadas as amostras de leite gordo e magro, ambas nas amostras cruas e UHT.

O método consiste em adicionar 10 ml de ácido sulfúrico para o butirômetro, colocando lentamente 11 ml da amostra (com auxílio de uma pipeta) e, depois, somar com 1 ml de álcool isoamílico. Depois, deve-se arrolar o butirômetro com o auxílio de luvas e agitar cuidadosamente a solução para sua completa dissolução; levar para a centrifuga por 5 minutos, e deixar em banho-maria a 62°C por 3 minutos coma rolha para baixo. Por fim, é só manejar a rolha para que a camada amarela (gordura) fique na escala graduada do lactobutirômetro, onde o valor obtido corresponde diretamente à porcentagem de gordura presente. para que fossem quantificados seus teores de gordura, que são necessários para a calibração do analisador ultrassônico e comparação desejada entre os valores obtidos nas análises oficiais e no aparelho.

4.2.2 Análise de densidade

Simultaneamente a análise de lipídeos, foi quantificada também a densidade das amostras de leite, com o auxílio de um lactodensímetro, para que, juntamente com os parâmetros de gordura encontrados, esses dados pudessem ser inseridos no equipamento de análise ultrassônica com o mesmo fim de calibração e comparação. Assim, inseriu-se o lactodensímetro em 210 mL de leite que estavam em uma proveta de 250 mL, esperou-se por alguns minutos até fazer a leitura do aparelho no menisco.

Juntamente com o valor de gordura, a densidade é um dos fatores que mais se deve dar atenção no processo de calibração e análise. Assim, com os valores da gordura e de densidade de cada amostra em mãos, devem-se transferir esses dados para um computador e empregou-se em um programa que leva em conta os valores de gordura e densidade previamente obtidos. Esses dados compreendem: gordura, proteína, lactose, extrato seco e densidade.

4.2.3 Análise de proteína

O método utilizado para análise de proteína foi o de *Kjeldhal*, onde segundo Tronco (2008, p. 150), o método baseia-se na destruição da matéria orgânica pela adição de ácido sulfúrico, passando o nitrogênio à forma de sulfato de amônio. Posteriormente, o hidróxido de sódio adicionado desloca esse amoníaco, que é titulado com solução ácida. É obtida, então, a quantidade de nitrogênio, calcula-se a porcentagem de proteínas, multiplicando-se pelo fator de conversão 6,38 (no caso do leite) (equação 1).

$$\%NT = \frac{(A - B) \times Ci \times fc \times 1,4}{mL}$$

[equação 1]

Onde:

A: volume gasto de HCl na titulação da amostra

B: volume gasto na prova em branco

Ci: concentração de HCl (0,05 mol/L)

Fc: fator de correção de ácido clorídrico

mL: volume da amostrada considerando a diluição (5/100 x 5 = 0,25 ml)

4.2.4 Análise de extrato seco total e desengordurado

Ainda segundo Tronco (2008, p. 120) a determinação de extrato seco total consiste em desidratar uma amostra de leite, de peso conhecido, em banho-maria ou estufa, a aproximadamente 105°C por 3 a 4 horas. Resfria-se no dessecador, pesa-se e calcula-se a porcentagem.

Então, para a determinação de extrato seco desengordurado (ESD), faz-se o cálculo de diferença entre a porcentagem de extrato seco total (EST) e a porcentagem de gordura.

4.2.5 Análise de lactose

O teor de lactose foi determinado pela diferença de todos os componentes determinados previamente, coincidindo-se o somatório de 100%.

4.2.5 Procedimento da calibração do analisador do leite por ultra-som

Primeiramente, antes do processo de análise propriamente dito, é indispensável a calibração do aparelho para se obter resultados mais precisos em relação aos valores obtidos. O processo de calibração em si é relativamente simples, porém requer atenção, pois qualquer erro durante esse processo pode acarretar posteriores falhas de interpretação das análises (VENTUROSOSO, 2007). Para realizar a calibração do aparelho segue-se o método descrito pelo manual de instruções do próprio fabricante (anexo 1).

Para que os valores utilizados na calibração sejam mais precisos é necessário que se faça previamente a avaliação do teor de gordura das amostras de leite gordo e magro para realizar a padronização e conhecer os parâmetros físico-químicos do leite e com o objetivo de quantificar de maneira mais confiável a quantidade de cada parâmetro existente em cada amostra com que se deseja trabalhar. Após, é realizado o processo de análise, onde acopla-se 5 mL de amostra no equipamento e o mesmo suga o leite demonstrando os resultados no próprio painel.

4.3 TRATAMENTO DOS DADOS

Os resultados obtidos foram tabulados em planilha eletrônica do programa Microsoft® Excel 2007 e tratados estatisticamente, utilizando o programa BIOESTAT (versão 5.0), com o teste T pareado inferencial, pois esse apresentou maior veracidade em comparação com o teste T *Tukey*, para duas amostras independentes. Tomando como o nível de significância de 0,05. Sendo H0 (hipótese nula), $t > 0,05$ não apresentando diferença significativa e H1, $t < 0,05$ apresentando diferença significativa.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 RESULTADOS DOS DADOS OBTIDOS PELO MÉTODO OFICIAL EM COMPARAÇÃO COM AS ANÁLISES DO ULTRA-SOM NÃO CALIBRADO.

Na Tabela 2, estão os resultados obtidos através do método oficial e do equipamento ultrassônico, os quais foram comparados, onde se observa que não houve diferença significativa ($p > 0,05$) nos parâmetros: gordura (2% e 3,2%); no índice crioscópico só houve diferença no leite com 4% de gordura. O oposto ocorreu no caso da análise de cinzas, onde somente o leite com 4% de gordura apresentou diferença significativa entre os métodos.

Para a densidade, os dois métodos detectaram os mesmo valores, não ocorrendo, portanto, uma diferença entre eles, mesmo este dependendo da observação visual do analista no lactodensímetro, sendo assim, passível a erro.

Porém, nos outros parâmetros: proteína, extrato seco e lactose houve uma diferença significativa entre os dois métodos utilizados em todos os tipos de leite, sendo que na maioria destes (exceto a lactose) os valores obtidos pelo ultra-som foram menores do que o método oficial. Já no caso da lactose, houve valores maiores obtidos pelo ultra-som com relação ao método oficial (3,7% e 4%).

Tabela 1 - Médias (\bar{x}) e desvios- padrão (p) dos parâmetros físico-químicos das amostras de leite cru com variadas concentrações de gordura sem adição de reconstituintes determinados pelo ultra-som (US) e método oficial (MO).

Requisitos físico-químicos		2%	3,2%	3,7%	4%
		(\bar{x})	(\bar{x})	(\bar{x})	(\bar{x})
Gordura (%)	MO	2,00	3,10	3,80	4,00
	US	2,04	3,09	3,43	4,35
	P	0,03	0,01	0,26	0,25
Densidade (g/cm³)	MO	1,03	1,03	1,03	1,03
	US	1,03	1,03	1,03	1,03
	P	0,00	0,00	0,00	0,00
Proteína (%)	MO	3,40	3,20	3,20	3,20
	US	2,97	2,92	2,93	3,45
	P	0,30	0,20	0,19	0,18
I.C (°C)	MO	0,53	0,51	0,52	0,52
	US	0,50	0,50	0,58	0,61
	P	0,02	0,01	0,04	0,06
Cinzas (%)	MO	0,75	0,82	0,89	0,75
	US	0,67	0,66	0,66	0,78
	P	0,06	0,11	0,16	0,02
Extrato Seco (%)	MO	8,77	8,70	8,14	8,68
	US	8,13	7,99	8,00	9,44
	P	0,45	0,50	0,10	0,54
Lactose (%)	MO	4,61	4,58	3,99	4,65
	US	4,47	4,39	4,39	5,17
	P	0,10	0,13	0,28	0,37

I.C = índice crioscópico.

5.2 COMPARAÇÃO DOS RESULTADOS OBTIDOS DO ULTRA-SOM ANTES E APÓS A CALIBRAÇÃO

A Tabela 3 apontou o efeito da calibração do ultra-som, onde nos parâmetros gordura, proteína, cinzas e extrato seco desengordurado, houve uma diferença significativa com relação à calibração do aparelho; esta apresentou (na maioria dos casos) valores superiores àqueles do aparelho não calibrado, com exceção da análise de cinzas, cujos valores foram menores.

No caso da densidade, índice crioscópio e lactose, os resultados obtidos não apresentaram diferenças significativas; para a densidade essa diferença foi zero; e para os outros parâmetros houve diferença somente no leite com maior teor de gordura (3,7%).

Tabela 2 - Médias (\bar{x}) e desvios- padrão (*p*) dos parâmetros físico-químicos das amostras de leite cru com variadas concentrações de gordura sem adição de reconstituintes determinados pelo ultra-som (US) antes e após a calibração.

		3,2%	3,7%
		(\bar{x})	(\bar{x})
Requisitos físico-químicos			
	ANTES	3,09	3,43
Gordura (%)	DEPOIS	3,34	3,69
	<i>P</i>	0,18	0,18
	ANTES	1,03	1,03
Densidade	DEPOIS	1,03	1,03
(g/cm³)	<i>P</i>	0,00	0,00
	ANTES	2,93	2,93
Proteína (%)	DEPOIS	3,24	3,32
	<i>P</i>	0,22	0,28
	ANTES	0,50	0,50
I.C	DEPOIS	0,56	0,58
	<i>P</i>	0,04	0,06
	ANTES	0,66	0,66
Cinzas (%)	DEPOIS	0,73	0,75
	<i>P</i>	0,05	0,06
	ANTES	7,99	8,00
Extrato Seco	DEPOIS	8,86	9,08
(%)	<i>P</i>	0,62	0,76
	ANTES	4,39	4,86
Lactose (%)	DEPOIS	4,39	4,97
	<i>P</i>	0,00	0,08

I.C = índice crioscópio.

6 CONCLUSÃO

Ao observar os dados obtidos, em relação à gordura houve uma menor diferença significativa nas amostras de leite cru, bem como com relação ao índice crioscópico. Levando-se em conta as cinzas, vê-se que ocorreu o contrário, já que há um menor número de amostras de leite cru apresentando diferença significativa.

Em relação aos parâmetros de densidade e lactose, observa-se que no primeiro, nenhuma amostra apresentou diferença significativa. No entanto, a lactose demonstrou diferença significativa em todas as amostras analisadas.

Conclui-se então, que o parâmetro onde houve maior precisão nas análises comparativas, foi a densidade, já que não apresentou diferença significativa em nenhuma das amostras observadas. Os outros parâmetros, comparativamente, não apresentaram tanta exatidão ou precisão entre seus valores.

REFERÊNCIAS

BRASIL, Ministério da Agricultura. Departamento Nacional de Inspeção de Produtos de Origem Animal. **Regulamento da Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal – R.I.I.S.P.O.A.** Aprovado pelo decreto n 30691 de 29 de março de 1952, alterado pelo Decreto 1255 de 25 de junho de 1962. Alterado pelo Decreto 2244 de 04/06/1997. Brasília-DF. 1997.

ENTELBRA – Indústria Eletrônica. **Manual Lactoscan SLP.** Disponível em: <<http://www.entelbra.com.br/entelbra/index.htm>>. Acesso em 26 set. 2011.

McCLEMENTS, D.J. **Advances in the application of ultrasound in food analysis and processing.** *Trends Food Sci. Technol.*, v.6, n.9, p.293-299, 1995.

NAZÁRIO, Sergio Luiz Sousa; ISEPON, Jacira dos Santos; BUIOCHI, Flávio; ADAMOWSKI, Julio Cezar; KITANO, Cláudio; HIGUTI, Ricardo Tokio. **Caracterização de leite bovino utilizando ultra-som e redes neurais artificiais.** *Sba Controle & Automação* vol.20 no.4 Natal Oct./Dec. 2009

PONSANO, E.G.H.; 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.** *Arq. Bras. Med. Vet. Zootec.*, v.59, n.4, p.1052-1057, 2007.

TRONCO, V. M. **Manual para inspeção da qualidade do leite.** Santa Maria: editora UFMS, 3 ed., 2008.

VASCONCELLOS, Patrícia Fernanda. **Revisão sobre a qualidade do leite no Brasil: Aspectos Físicos, Químicos e Nutritivos.** INSTITUTO QUALITTAS - CURSO HIGIENE E INSPIÇÃO EM PRODUTOS DE ORIGEM ANIMAL. Campinas, Maio de 2009.

VENTUROSO, Paphael Costa; ALMEIDA, Keila Emílio; RODRIGUES, Alexandre Mariani; DAMIN, Maria Regina; OLIVEIRA, Maricê Nogueira. **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 Brazilian Journal of Pharmaceutical Sciences* - vol. 43, n. 4, out./dez., 2007

ANEXO 1

Técnica de calibração do Lactoscan LSP

Para iniciar o processo de calibração é necessário que se entre no “menu” do equipamento. Para tal deve-se segurar o botão central ‘Enter’ enquanto se liga o aparelho. Isso fará com que se tenha acesso ao Menu.

No “menu” entre em ‘Settings’ e depois ‘Recalibrate’.

O aparelho pedirá para que se digite os valores encontrados (gordura, densidade, lactose e etc.). Primeiramente serão digitados os dados da amostra de leite CRU GORDO (High). Depois serão pedidos os valores da amostra de leite CRU MAGRO (Low).

Depois de digitados os dados, o equipamento vai pedir que se faça 5 análises com o leite GORDO e depois 5 análises com o leite MAGRO. Ao final dessas análises será pedido que se passe água destilada 5 vezes.

Ao término desse processo deve-se repeti-lo com o leite tipo UHT, sendo que ao final de ambos (CRU e UHT), deve-se realizar a limpeza no aparelho. Para o processo de limpeza, com o equipamento ligado deve-se apertar e segurar o botão central ‘Enter’, que dará acesso a um menu onde se verá a opção ‘Cleaning’ que dará início a limpeza interna do equipamento.

Deve-se lembrar que a limpeza é um processo de suma importância e não deve ser esquecido. Leite coalhado na parte interna do equipamento pode gerar uma série de problemas de análise.