

# ANÁLISE DO LEITE

A. BECK ANDERSEN

(Do Depto de Zootecnia)

## Modo de tirar uma amostra

Antes de fazer qualquer uma análise do leite, é necessário torná-lo homogêneo devido à facilidade da separação da gordura.

Obtem-se a homogeneização:

- A. Caso o depósito em que se encontre o leite seja grande: Mexendo-o com um agitador apropriado.
- B. Caso o leite se encontre num reservatório pequeno: Transvasando-o de um reservatório (por ex.: balão de vidro, frasco etc.) para outro repetidas vezes.

Caso parte da gordura do leite esteja transformada em manteiga, é preciso aquecer o leite até 40°C, esfriando-o em seguida até cerca de 20°C, antes de tirar a amostra.

Às vezes é preciso conservar a amostra por algum tempo. Para tal podemos usar:

1. Sublimado corrosivo, quantidade: 1/2%
2. Formalina " " 1%
3. Bicromato de potássio " " 1-2%

1 — *Processo ácido-butirométrico de Gerber* — Finalidade: Achar a porcentagem de gordura do leite.

## MATERIAL NECESSÁRIO

- 1 butirômetro para leite com rolha de borracha
- 1 pipeta ou bureta automática de 10 cc para ácido sulfúrico
- 1 " " " " " " " 1 cc " álcool amílico
- 1 " " " " " " " 11 cc " leite.
- 1 banho-maria.
- 1 centrífuga.

Ácido sulfúrico de densidade 1,820 à 1,825.

Alcool amílico para leite de densidade 0,820.

## OPERAÇÃO

1. 1. Colocar no butirômetro limpo e enxuto a 10 cc do ácido sulfúrico.

2. Colocar 11 cc. do leite homogenizado sobre o ácido com cuidado para não haver mistura brusca.
  3. Colocar por cima do leite 1 cc do alcool amílico.
  4. Fechar bém com a rolha de borracha.
  5. Dissolver as proteínas do leite, misturando-se o conteúdo da pera, tendo cuidado para não entupir o canal fino da haste graduada com a massa coagulada. Todo dissolvido (cor avermelhada), mistura-se o acido da haste com o resto virando o butirômetro várias vezes.
  6. Colocar o butirômetro na centrifuga com a rolha mais distante do eixo. Centrifugar durante 4 minutos com 1.200 voltas por minuto.  
Caso o butirômetro esteja frio antes da centrifugação, é necessário aquecê-lo em banho-maria à 80°C.
  7. Colocar o butirômetro com a rolha para baixo no banho-maria a 65°C durante 3 a 4 minutos.
  8. Fazer a leitura com a exatidão de centésimos. Para facilitar a leitura pode-se torcer a rolha preferivelmente para cima.  
Duas análises da mesma amostra não devem divergir mais de 0,05%. O padrão mínimo do G. no leite é 3,50%.
- 2 — *Densidade do leite* — Finalidade: Saber quantas grammas pesa 1 litro do leite.

### MATERIAL

- 1 lactodensímetro.
- 1 termômetro, que pode ser ligado ao densímetro.
- 1 proveta de 250 cc. sem graduação.
- 1 tabela de correção da densidade para 15°C.

### OPERAÇÃO

1. Coloca-se o leite bem homogenizado na proveta limpa e enxuta.
2. Coloca-se o lactodensímetro limpo e enxuto dentro do leite com cuidado para que não afunde demais.
3. Fazer a leitura na escala de divisões. A leitura é feita no ponto mais alto do menisco (a curva, que o leite faz com o densímetro).  
O lactodensímetro marca o «grau de lactodensímetro» por exemplo, 30,5.
4. Observa-se a temperatura do leite por ex.: 24°C.
5. Por meio da tabela de correção verifica-se qual o *grau de lactodensímetro* a 15°C.

Segundo os dados mencionados :

30	a 24°C = 32,2	à 15°C
31	a 24°C = 33,3	à 15°C
20,5	a 24°C = 32,2 + 0,55 = 32,75	à 15°C

A *densidade* do leite = grau de lactodensímetro + 1000 ÷ 1000

Por exemplo : 32,75 + 1000 ÷ 1000 = 1,03275

A *densidade do leite normal varia de 1,028 até 1,032.*

3 — *A matéria seca do leite* — A matéria seca significa todos os componentes grandes do leite — a água (gordura, proteínas, lactose e sais minerais).

Podemos achar a matéria seca :

A -- Por meio de fórmulas ;

a) Fórmula de Fleischmann

$$MS = 1,2 \cdot G + 2,665 \frac{100 - D}{D}$$

b) Fórmula de Halencke & Moeslinger

$$MS = \frac{5G + Gld}{4}$$

c)  $MS = 1/4 Gld + 1,2 G.$

G = porcentagem de gordura do leite.

MS = porcentagem de matéria seca do leite

Gld = grau de lactodensímetro.

*Exemplo:* G = 3,8% D = 1,032 Gld = 32

$$a) MS = 1,2 \cdot 3,8 + 2,665 \cdot \frac{100 \cdot 1,032 - 100}{1,032}$$

$$MS = 4,56 + 2,665 \frac{3,2}{1,032}$$

$$MS = 4,56 + 8,26 = 12,82\%$$

$$b) MS = \frac{5 \times 3,8 + 32}{4} = 12,75\%$$

$$c) MS = 1/2 \cdot 32 + 1,2 \cdot 3,8 = 12,56\%$$

A fórmula de «Fleischmann» é mais exata, porque é construída de acordo com as condições verdadeiras do leite.

*B — Por meio de calculadores ou tabelas* — Para facilitar a operação existem vários calculadores, sendo o mais conhecido o calculador de «Ackermann», que consiste em dois discos concêntricos, dos quais o menor tem uma divisão indicando a densidade do leite e o maior duas divisões, das quais uma indica a porcentagem de gordura e a outra a porcentagem da matéria seca. Faz-

se coincidir a densidade e a porcentagem de gordura e uma seta, no disco menor, mostra então qual a porcentagem de matéria seca correspondente.

*O padrão mínimo da MS = 12,20%.*

#### 4 — Achar leite falsificado.

A — *Falsificado com água* (molhagem do leite) — Uma adição de água provoca uma diminuição de todos os componentes da matéria seca do leite e na mesma proporção. Diminuem também a *densidade* e o grau de acidez do leite

### OPERAÇÃO

1. Achar a porcentagem de gordura do leite.
2. Achar a densidade.
3. Achar a porcentagem de matéria seca.
4. Achar a porcentagem de matéria seca sem gordura (MS - G). Padrão mínimo da matéria seca sem G = (12,20 - 3,50) = 8,70%.

Pela fórmula:  $F = \frac{8,70 - (MS - G) 100}{8,70}$  acha-se a porcentagem da falsificação = F.

*Exemplo:* G = 3,05% D = 1,025 MS = 10,16% MS - G = 7,11%

$$F = \frac{(8,70 - 7,11) 100}{8,70} = 18,3\%$$

B — *Falsificado com leite desnatado* (ou desnatagem parcial) — Adicionando-se leite desnatado ao leite, *diminui* a porcentagem de gordura, mais a porcentagem de matéria seca sem gordura *continua a mesma* na hipótese, do leite desnatado ter a mesma origem que o leite falsificado.

A densidade do leite falsificado *augmenta*, porque o leite desnatado tem maior densidade que o leite integral. Encontrando-se portanto um teor de gordura baixo e uma densidade elevada, o leite deve ser considerado como falsificado com leite desnatado (ou parcialmente desnatado). A porcentagem da falsificação acha-se segundo a fórmula:

$$F = \frac{(3,5 - G) \times 100}{3,5} \quad G = \text{porcentagem de gordura do leite falsificado.}$$

*Exemplo:* G = 3,00 D = 1,0326

$$F = \frac{(3,5 - 3,0) 100}{3,5} = 14,3\%$$

C — *Falsificado com leite desnatado e água.* — Pode-se regular a quantidade de leite desnatado e água de tal maneira, que a densidade continua praticamente

normal, tornando-se difícil descobrir a fraude, se a gordura se mantém por cima do padrão mínimo. Em caso de suspeitas, devem-se fazer análises mais rigorosas por ex.: «Crioscopia», «refractometria» do soro do leite, ou determinar presença de nitratos no leite.

Por meio das fórmulas:  $F_a = \frac{8,70 - (MS - G) 100}{8,70}$  e  $F_d = \frac{(3,5 - G) 100}{3,5}$ , podemos achar uma falsificação mixta com água e leite desnatado. Neste caso empregamos a última fórmula para achar a falsificação total  $F_t$  e a primeira para achar a % de água adicionada. A diferença entre as duas significa então a falsificação com leite desnatado.

*Exemplo:*  $G = 3,05\%$ ,  $D = 1,030$ . Segundo o calculador de Ackermann  $M.S. = 11,55\%$  e  $(MS - G) = 8,50\%$ .

$$1) F_t = \frac{(3,5 - 3,05) 100}{3,5} = 12,85\%;$$

$$2) F_a = \frac{(8,70 - 8,50) 100}{8,7} = 2,30\%;$$

$$3) F_t - F_a = 12,85 - 2,30 = 10,55\%;$$

O leite é falsificado com 2,3% de água e 10,55% de leite desnatado.

5 — *Pesquisas de amido e urina*, no leite, usadas para aumentar a densidade do mesmo.

- a) *Amido*
- 1º ferver devagar 10 cc de leite.
  - 2º deixar esfriar.
  - 3º adicionar 20 cc de água destilada, mais 3 gotas de água iodada 1%.
  - 4º coloração azul, que desaparece pelo aquecimento.
- b) *Urina*
- 1º leite suspeito . . . . . — 5 cc
  - 2º ácido colorídrico . . . . . — 5 cc
  - 3º alcool absoluto . . . . . — 5 cc
  - 4º ácido nítrico puro . . . . . — 8-10 gotas
  - 5ª coloração róseo-violécea . . — positiva
  - 6ª coloração branco-amarelada . — negativa.

6 — *Pesquisa de conservadores e antisépticos.*

a) *Bicarbonato de sódio*

- 1ª Misturar 10 cc do leite e 10 cc de alcool.
  - 2ª Adicionar algumas gotas de uma solução de 1% de ácido rosólico.
- Coloração cereja: presença de bicarbonato.

- b) *Formol*: (Reação de Hehner)
- 1º Colocar 10 cc do leite num tubo de ensaio.
  - 2º Adicionar 5 cc de ácido sulfúrico com traços de percloreto de ferro.
  - 3º Formação de um anel de côr rosa violeta: presença de formalina.
- c) *Acido bórico ou borax* -
- 1º Mergulhar uma tira de papel de carcumna na amostra acidificada com 7% de ácido clorídrico.
  - 2º Deixar o papel secar espontaneamente.
  - 3º Coloração vermelha que passa a azul-verde-escura com hidróxido de amônia: presença de ácido-bórico.
- d) *Ácido salicílico*
- 1º Colocar num Copo de "Erlenmeier" de 250 cc, 100 cc do leite.
  - 2º Adicionar 2 cc de ácido acético a 25%.
  - 3º Aquecer durante 20 minutos num banho-maria à 70°C, fechando com uma rolha provida de um tubo de vidro comprido.
  - 4º Esfriar e filtrar.
  - 5º Tirar 10 cc do soro mais 10 cc de água destilada.
  - 6º Adicionar 2 á 3 gotas da solução de percloreto de ferro.
  - 7º Coloração roxa: presença de ácido salicílico.

#### 7 — *Acidez do leite.*

A — *Processo de Dornic* — Finalidade: Saber até que ponto é transformada a lactose do leite em ácido láctico.

#### MATERIAL

- 1 acidímetro de Dornic.
- 1 pipeta de 10 cc.
- 1 Erlenmeier ou copo de vidro de 50 cc.  
Soda Dornic (4,44 grs. de hidróxido de sódio em 1000 cc de água = soda nono normal)  
Fenoltaleína (solução 1 a 2% em alcool).

#### OPERAÇÃO

1. Colocar com a pipeta 10 cc. do leite bem homogenizado no copo de Erlenmeier.
2. Adicionar 3-4 gotas da fenoltaleína.
3. Titular com a soda Dornic até coloração ligeiramente

- 4 O número de 1/10 de cc gasto: graus Dornic.  
1 grau Dornic = 1 cc de soda Dornic para 100 cc de leite.
- B — *Prova de Alcool* — Finalidade: Saber se o leite serve para pasteurizar.

### OPERAÇÃO

Misturar partes iguais (2 cc) de leite e alcool (68% volume ou 72 partes de alcool à 95% + 28 partes de água) num tubo de ensaio.

Tapar o tubo com o dedo e virar várias vezes. Examinar as paredes do tubo para ver, se há partículas brancas (caseína coagulada). A 21° Dornic formam-se partículas finas, com acidez maior formam-se partículas maiores.

Leite colostro, leite de úbere doente e leite com fermentação enzimática também coagulam pela prova, mesmo sendo o grau de acidez baixo.

C) — *Provas de Alizarol e Tibromol* — Preparação do alizarol:

- 1° Dissolver 1,5-2 gramas de alizarina vermelha em 1000 cc de alcool neutro a 68% vol.
- 2° Agitar bem, deixar em repouso em 6-12 horas, filtrar.
- 3° A solução deve ter uma cor marron avermelhada (partes iguais do leite normal fresco e da solução: lilás avermelhada).

### OPERAÇÃO

- 1° Misturar partes iguais (2-3 cc) do leite e do alizarol.
- 2° Observar a coloração e a precipitação.
- 3° Classificar o leite de acordo com o quadro anexo.

Preparação do tibromol.

Fórmula de Savini.

Azul de Bromotimol (tibromol) — 0,2 grs.

Alcool a 95° . . . . . — 25 cc

Água destilada . . . . . — 75 cc

Tritura-se o azul de bromotimol e dissolve-se no alcool. Leva-se a solução num balão aferido de 100 cc e completa-se com água destilada. Adiciona-se em seguida gota por gota hidróxido de sódio 1N até coloração verde (cerca de 0,10 cc).

### OPERAÇÃO

- 1° Colocar num tubo de ensaio 5 cc de leite.
- 2° Adicionar 1 cc de tibromol.
- 3° Agitar e observar a coloração de acordo com o quadro anexo.

Alizarol		Tibromol			
Coloração	Coagulação	Coloração	°D	PH	Observações
Lilás	não	verde-intenso	14	6,8-7,2	leite alcalino
Lilás-avermelhada	não	verde claro	16-18	6,4	« normal fresco
Lilás-avermelhada	sim	verde claro	16-18	6,4	coag. enzimática
Amarela	sim	amarela	20-30	5,0-5,2	leite ácido
Violeta	sim	verde-azulada			mastite
Rosa	sim	verde-azulada			colostro

8 — *Prova de Redutase* — Finalidade: Classificar o leite de acordo com o número e a vivacidade dos microorganismos nele contidos.

### MATERIAL NECESSÁRIO

Tubos de ensaio de 60 cc com boca de 2 cc de diâmetro e com tampa.

1 Estufa ou banho-maria que pode manter 38-40°C

Solução de azul de metileno, que pode ser preparado:

- a) Dissolvendo-se uma pastilha de redutase (Blauenfeldt & Twede. Copenhagen. Dinamarca) em 200 cc de água fervida.
- b) Fazer uma solução alcoólica saturada de azul de metileno (medicinal D. A. B. 6-Schering & Kahlbaum A. G. Berlim ou congêneres). Da solução sat. usar-se 5 cc para 195 cc de água destilada.

### OPERAÇÃO

- 1° Colocar no tubo de ensaio esterilizado ou fervido 40 cc do leite.
- 2° Adicionar 1 cc da solução de azul de metileno.
- 3° Fechar e agitar bem.
- 4° Colocar o tubo de ensaio no banho-maria ou estufa à 38-40°C.
- 5° Classificar o leite de acordo com o esquema seguinte:

Leite que se torna branco	Classe	Qualidade	Nº de microorganismos POR CC.
Antes de 20 minutos	IV	muito ruim	mais de 20.000.000
Entre 20 minutos e 120 minutos	III	ruim	4.000.000 a 20.000.000
Entre 120 minutos e 330 minutos	II	bom	500.000 a 4.000.000
Depois de 330 minutos	I	muito bom	menos de 500.000

9 — *Prova de Lacto-fermentação* — Finalidade: Classificar o leite de acordo com o grupo de microorganismos nele contidos.

### MATERIAL NECESSÁRIO

Tubos de ensaio de 60 cc com boca de 2 cc de diâmetro e com tampa.

1 estufa ou banho-maria que pode manter 38-40° C.

### OPERAÇÃO

- 1º Colocar no tubo de ensaio esterilizado ou fervido 40 cc de leite e tampar.
- 2º Deixar os tubos na estufa ou banho-maria durante 18 horas.
- 3º Classificar o leite de acordo com a coalhada formada nos tipos seguintes:
  - a) líquido {
    1. gosto e cheiro ácido e agradável = leite bom ou leite adicionado conservador.
    2. gosto e cheiro amargo e desagradável = leite perigoso, proveniente de úbere doente.
  - b) gelatinoso — coagulação lisa, uniforme sem separação de soro, sem ou com poucas bolhas de gás — leite bom.
  - c) caseoso — coagulação lisa, mais ou menos contraída com separação de soro — leite relativamente bom.
  - d) esponjoso — a coalhada perfurada com muitas bolhas miúdas de gás — leite suspeito, não deve ser usado para queijo ou consumo.
  - e) esfacelado — a coalhada rebentada pela formação de gás — perigoso, não deve ser usado para queijo ou consumo. Pode-se fazer a prova de lacto-fermentação em prosseguimento da prova de redutase e na mesma amostra do leite.

10 -- *Prova de Catalase* — Finalidade: Controlar a sanidade do úbere da vaca.

### MATERIAL NECESSÁRIO

1 Catalasímetro.

Água oxigenada a 3% ou 10% vol.

Água destilada ou bem fervida.

### OPERAÇÃO

1. Encher o gasômetro do catalasímetro com água destilada.
2. Colocar no recipiente 15 cc de leite.
3. Adicionar ao leite 5 cc de água oxigenada e misturar.
4. Ligar o recipiente ao gasômetro e fechar com as rolhas.
5. Deixar o catalasímetro em repouso durante 2 horas à temperatura do ambiente (20-25°C.)
6. Observar o nível da água. Se passa de 2,5 cc = leite suspeito. Se passa de 4,0 cc = leite proveniente de úbere doente, se a amostra do leite for tirada do leite recentemente ordenhado, caso contrário leite de qualidade inferior.

11 — *Prova de Peroxidase* — Finalidade: Controlar, se o leite está pasteurizado acima de 80° C ou não.

### MATERIAL

Tubo de ensaio..

Solução de guaiacol a 1% em água.

Água oxigenada á 3% (10%)vol.

### OPERAÇÃO

1. Colocar no tubo do ensaio 5 cc do leite.
2. Adicionar 5 cc da sol. de guaiacol.
3. Adicionar 2-3 gotas da água oxigenada.
4. Misturar e observar a coloração.

Côr salmon = leite cru.

Côr natural do leite = leite aquecido acima de 80°C.

Caso o leite tenha mais de 40° C, esfriar até abaixo de 30°C.

Caso estiver gelado — aquecer até acima de 20°C.

- 12 — *Prova de Lactosedimentação* — Finalidade: Classificar o leite de acordo com a quantidade de sujeiras macroscópicas quer dizer: Contrôles da ordenha higiênica.

### MATERIAL

- 1 Lactosedimentador.  
Discos de algodão.

### OPERAÇÃO

1. Colocar no lactosedimentador 1/2 litro de leite. Se o leite for frio é preciso aquecê-lo.
2. Deixar filtrar e comparar o disco de algodão com um quadro com discos padrão.
13. *A prova de Coalho-lacto-fermentação* — Finalidade:
  - a) Controlar a qualificação do leite para fabricação do queijo
  - b) Controlar o coalho.

### MATERIAL

- Tubos de ensaio de 60 cc.  
Solução aquosa de coalho líquido de 2 para 10.  
1 estufa que pode manter a temperatura de 38-40°C.

### OPERAÇÃO

1. Colocar no tubo 40 cc de leite.
2. Adicionar 2 cc da solução do coalho e misturar.
3. Colocar o tubo na estufa durante 15 horas.
4. Examinar a coalhada formada.

A coalhada deve formar um cilindro liso, que cortado, somente tem poucos «olhos» pequenos. Olhos grandes e em maior quantidade e especialmente coalhada em forma de parafuso, e nadando na superfície do soro, são sinais de que o leite ou o coalho contêm microorganismos, que produzem gás e não servem para fabricação de queijos.