

## ALTERAÇÕES NA DENSIDADE E CRIOSCOPIA DO LEITE PELA ADIÇÃO DE DIFERENTES CONCENTRAÇÕES DE CITRATO E FORTIFICANTE<sup>1</sup>

RAFAEL FAGNANI<sup>2\*</sup>, PAULO EDUARDO CARRARO<sup>3</sup>, ANA PAULA PAVÃO BATTAGLINI<sup>4</sup>, JOÃO PAULO ANDRADE DE ARAÚJO<sup>2</sup>

**RESUMO** - Considerando que o leite é um alimento susceptível a fraudes, o presente trabalho teve como objetivo avaliar o efeito da adição de diferentes concentrações de citrato de sódio e fortificante na densidade e crioscopia do leite. A adição de 0,1% de citrato de sódio foi suficiente para diminuir a média do ponto de congelamento em 0,021° H e aumentar a média da densidade em 0,0008 g cm<sup>-3</sup>. Nessas amostras foi possível adicionar até 5,6% de água sem ultrapassar os padrões brasileiros de densidade e crioscopia. O fortificante adicionado ao leite em concentrações iguais ou maiores que 0,056% diminuiu a média da crioscopia em 0,0024° H quando comparada ao tratamento controle. A média da densidade diferiu apenas no grupo com adição de 0,44% de fortificante, com aumento de 0,0034 g cm<sup>-3</sup> em relação ao tratamento controle. Na diluição recomendada pelo fabricante (0,007%), o fortificante não alterou as médias de densidade e crioscopia do leite. Os resultados mostraram que a adição de citrato de sódio, mesmo dentro da porcentagem permitida pela legislação, foi capaz de alterar o ponto de congelamento e a densidade do leite. Considerando que no processo UAT direto, a evaporação do excesso da água do leite com 0,1% de citrato de sódio é baseada em 0,530° H, é possível que a retirada da água incorporada no beneficiamento não seja completa, podendo estar presente em porcentagens superiores a 5%. Por sua vez, a adição de fortificante na concentração recomendada pelo fabricante não deixa margens para a adição fraudulenta de água.

**Palavras-chave:** Reconstituintes. Fraude. UAT. Pasteurizado.

## CHANGES IN DENSITY AND CRYOSCOPY OF MILK BY ADDITION OF CITRATE AND FORTIFIER IN DIFFERENT CONCENTRATIONS

**ABSTRACT** - Considering that milk is susceptible to fraud, this study aimed to evaluate the effect of different concentrations of sodium citrate and fortifier in density and freezing point of milk. The addition of citrate in 0.1%, the maximum regulated by Brazilian legislation, was sufficient to decrease the average freezing point for 0.021 °H and increase the density average in 0.0008 g cm<sup>-3</sup>. In these samples was possible to add up to 5.6% water without exceeding the Brazilian standards density and freezing point. The fortifier added to milk in concentrations higher than 0.05% decreased the average freezing point 0.0024°H compared to the control treatment. The average density difference only in the group with addition of 0.44% of tonic, an increase of 0.0034 g cm<sup>-3</sup> compared to the control treatment. However, the dilution recommended by the manufacturer (0.007%) not changed density and freezing point average of milk. The results showed that the addition of citrate in percentages permitted by Brazilians law was able to change the freezing point and the density of milk. It should be pointed that in direct UHT process the evaporation of water excess from milk with 0.1% of citrate is based on - 0.530° H, it is possible that the removal of the incorporated water in UHT process could be incomplete, and can be present in percentages higher than 5%. Thus, the manufacturer recommended concentration of fortifier did not change the density and the freezing point of milk.

**Keywords:** Reconstituents. Fraud. UHT. Pasteurized.

\*Autor para correspondência.

<sup>1</sup>Recebido para publicação em 25/02/2014; aceito em 26/09/2014.

<sup>2</sup>Centro de Ciências Agrárias, Programa de Mestrado em Ciência e Tecnologia de Leite e Derivados, UNOPAR, Rua Marselha 591, 86041-140, Londrina-PR, [rafaelfagnani@hotmail.com](mailto:rafaelfagnani@hotmail.com).

<sup>3</sup>Centro Mesorregional de Excelência e Tecnologia do Leite - Norte Pioneiro, UENP, Caixa Postal 261, 86360-000, Bandeirantes-PR, [ducarraroret@hotmail.com](mailto:ducarraroret@hotmail.com).

<sup>4</sup>Agência de Defesa Agropecuária do Paraná, Rua Leopoldo José de Souza, 1030, 87400-000, Cruzeiro do Oeste-PR, [anabattaglini@adapar.pr.gov.br](mailto:anabattaglini@adapar.pr.gov.br).

## INTRODUÇÃO

Na produção do leite, qualquer adição ou subtração de substâncias é considerada fraude (BRASIL, 2011). Porém, na etapa do beneficiamento, a adição de estabilizantes, conservantes e fortificantes pode ser regulamentada por legislações brasileiras ou do Mercosul (BRASIL, 1997; MERCOSUL, 1996). No caso do leite UAT, citratos e fosfatos de sódio, combinados ou não, funcionam como estabilizantes da caseína e podem ser adicionados antes da ultrapasteurização em uma concentração de até 0,1% (BRASIL, 1997). De acordo com a Lei Estadual nº 16475 (PARANÁ, 2010), que instituiu o Programa Leite das Crianças e garante a distribuição gratuita de leite, a adição de vitaminas A, D e ferro é obrigatória no leite pasteurizado do programa paranaense, visando a diminuição da desnutrição infantil.

Os padrões brasileiros para a densidade e crioscopia, não consideram que no beneficiamento possa haver a adição de sólidos estabilizantes e fortificantes. Entretanto, o índice crioscópico de  $-0,530^{\circ}\text{H}$  estabelecido para o leite cru e pasteurizado pode ser alterado por alguns fatores durante o processamento, como o vapor de água injetado diretamente no leite para fabricação de leite UAT. Isso pode se tornar um problema, uma vez que a retirada do excesso da água vaporizada é baseada na crioscopia máxima estabelecida pela legislação (TAMANINI et al., 2011). Dessa forma, se desconsiderarmos as alterações causadas pela adição de estabilizantes, o resultado seria a permanência de parte da água incorporada ao leite durante o tratamento térmico, comprometendo a integridade do produto (BELOTI et al., 2010).

No caso do leite pasteurizado pertencente ao programa Leite das Crianças, do governo do Paraná, dependendo da quantidade de fortificante adicionada, as alterações na densidade e na crioscopia podem deixar margem para a adição fraudulenta de água. A regulamentação do programa orienta que a adição do fortificante seja baseada nas recomendações do fabricante, que pode variar de 1:15000 até 1:50000 litros de leite, dependendo da marca utilizada (PARANÁ, 2004).

Fraudes por adição de água podem ser detectadas por análises rotineiras de crioscopia e densidade, porém, dependendo da proporção entre água e sólidos reconstituíntes, os padrões analisados podem estar dentro dos limites estabelecidos pela legislação, não sendo possível detectar a fraude (CRUZ; SANTOS, 2008).

Considerando que o leite, independente do seu processamento térmico, é um alimento susceptível a fraudes, o presente trabalho teve como objetivo avaliar o efeito da adição de diferentes concentrações de citrato de sódio e de fortificante na densidade e crioscopia do leite cru, verificando se há margem para a adição de água em processos de UAT e de fortificação.

## MATERIAL E MÉTODOS

Foi coletada uma amostra de 10 litros de leite cru de conjunto refrigerado à no máximo  $4^{\circ}\text{C}$  em até 4 horas de animais da raça holandesa da Universidade Estadual do Norte do Paraná (UENP), Bandeirantes - PR. A amostra foi acondicionada em recipiente plástico higienizado, mantida à  $4^{\circ}\text{C}$  e encaminhada ao Laboratório do Centro Mesorregional de Excelência e Tecnologia do Leite - Norte Pioneiro.

As concentrações de citrato de sódio anidro ( $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$  - Synth®) utilizadas foram: 0% m/v (controle), 0,05% m/v, 0,075% m/v, 0,1% m/v, 0,125% m/v, 0,15% m/v e 0,175% m/v, totalizando sete concentrações. Para o fortificante (Granolab - BIO VLM 001, composto de mix de vitaminas - acetato, retinol, colecalciferol; maltodextrina e ferro quelato), além da concentração controle (0% m/v) e da concentração recomendada pelo fabricante (0,007% m/v), outras quatro concentrações foram analisadas: 0,014% m/v, 0,056% m/v, 0,22% m/v e 0,44% m/v, totalizando seis diferentes concentrações. O ambiente laboratorial foi ajustado à temperatura de  $22^{\circ}\text{C}$  e as amostras de leite à temperatura média de  $12^{\circ}\text{C}$ . Esse ensaio foi repetido cinco vezes e para cada ensaio, uma alíquota de 500 ml da amostra principal era separada após 10 segundos de homogeneização manual.

As análises da crioscopia e densidade à  $15^{\circ}\text{C}$  foram feitas em triplicata, através do crioscópio (MK 540 FLEX - ITR) e termolactodensímetro (INCOTERM 5784.L 4389/10), respectivamente (BRASIL, 2006). Os teores de gordura, sólidos totais, proteína, lactose e células somáticas (CCS) das amostras não foram mensurados em todos os ensaios, apenas na amostra principal pela metodologia de infravermelho no laboratório da associação paranaense de criadores de bovinos da raça holandesa em Curitiba-PR (INTERNACIONAL IDF STANDARD 141C, 2000).

O delineamento experimental considerou o efeito da adição das sete concentrações de citrato de sódio e das seis concentrações de fortificante na densidade e na crioscopia do leite. Os dados foram submetidos à análise de variância e fatores com  $p < 0,05$  foram posteriormente analisados pelo teste de Fisher à 0,5%. Todas as variáveis foram previamente submetidas ao teste de Lilliefors e as análises realizadas no programa Statistica 7.0 (STATSOFT, 2004).

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

A composição centesimal da amostra de leite cru utilizada em todos os ensaios apresentou 4,52% de gordura, 3,69% de proteína, 4,36% de lactose, 13,66% de sólidos totais e CCS de  $25,1 \cdot 10^4$  células  $\text{ml}^{-1}$ , valores considerados normais e dentro dos limites estabelecidos pela instrução normativa 62 (BRASIL, 2011).

A análise de variância revelou que as porcentagens de citrato de sódio estudadas apresentaram efeito sobre a densidade e a crioscopia ( $p < 0,05$ ) (Tabela 1). A adição de 0,05% de citrato de sódio foi suficiente para diminuir ( $p < 0,05$ ) a crioscopia em 0,0094° H quando comparadas com o tratamento

controle, porém sem alterar as médias de densidade ( $p > 0,05$ ). A média da densidade diferiu apenas a partir da adição de 0,1% de citrato de sódio, com aumento de 0,0009 g cm<sup>-3</sup> em relação ao tratamento controle.

**Tabela 1.** Média ( $\bar{x}$ ) e desvio padrão ( $\sigma$ ) da densidade e crioscopia em diferentes porcentagens de citrato de sódio adicionado ao leite cru refrigerado.

Amostras (% m/v)	Densidade (g cm <sup>-3</sup> )		Crioscopia (° H)	
	$\bar{x}$	$\sigma$	$\bar{x}$	$\sigma$
Controle (n=15)	1,0302a	0,0012	-0,5425a	0,0049
+0,050% (n=15)	1,0305a	0,0009	-0,5519b	0,0039
+0,075% (n=15)	1,0304ab	0,0007	-0,5579c	0,0038
+0,100% (n=15)	1,0311bc	0,0004	-0,5636d	0,0030
+0,125% (n=15)	1,0312bc	0,0011	-0,5692e	0,0038
+0,150% (n=15)	1,0314c	0,0008	-0,5790f	0,0107
+0,175% (n=15)	1,0316c	0,0012	-0,5817f	0,0142
Total (n=105)	1,0309	0,0010	-0,5637	0,0142

Médias seguidas por letras diferentes indicam significância no teste de Fisher ( $p < 0,05$ ); n= número de observações.

A adição de 0,05% de citrato de sódio de sódio ao leite cru refrigerado, porcentagem duas vezes menor do que a permitida pela legislação brasileira para o leite UAT, foi suficiente para diminuir ( $p < 0,05$ ) a média da crioscopia além do limite mínimo permitido pela Instrução Normativa 62 de -0,550°H (BRASIL, 2011). O ponto de congelamento de um líquido é afetado pelos solutos dissolvidos em seu solvente, para o leite, a lactose, cloro, citrato e ácido láctico são responsáveis por aproximadamente 80% do total da diminuição do ponto de congelamento. A lactose sozinha contribui com mais de 50% da diminuição do ponto de congelamento, porém a maior parte da variação desse índice tem sido associada à presença do citrato (NASCIMENTO, 1995). O citrato de sódio é um forte reconstituente do ponto crioscópico, assim como a lactose e os cloretos (TRONCO, 2008).

Veloso et al. (2002) relatam que o uso de citratos não é permitido no leite cru, porém sua adição melhora a sua estabilidade, além de corrigir a crios-

copia após a fraude com água ou soro de leite. Machado et al. (2011) observaram que não há informações muito bem detalhadas sobre as concentrações de citrato que geralmente são usadas para adulteração de leite cru.

Em comparação à amostra controle, a adição de 0,1% de citrato de sódio diminuiu ( $p < 0,05$ ) a média do índice crioscópico em 0,021° H. Esse resultado é semelhante ao encontrado por Beloti et al. (2010) que em estudos preliminares demonstraram que a adição de 0,1% de citrato de sódio ao leite diminuiu o ponto crioscópico em cerca de 0,020° H.

Em amostras de leite com 0,1% de citrato de sódio, a quantidade média de água necessária para recompor o índice crioscópico original do leite foi de 3,16%. Por sua vez, para recompor o índice crioscópico em -0,530° H, limite máximo estabelecido pela Instrução Normativa 62, a quantidade média de água foi de 5,6% (BRASIL, 2011). Considerando-se que no processo UAT direto, a evaporação do excesso da água do leite com 0,1% de citrato de sódio pode ser

baseada em  $-0,530^{\circ}\text{H}$ , é possível que a retirada da água incorporada no beneficiamento não seja completa, podendo estar presente em porcentagens superiores a 5%.

Para a retirada do excesso de água em leites UAT aquecidos através de vapor direto, a análise do ponto de congelamento do leite não é indicada, uma vez que os estabilizantes alteram o valor mínimo do ponto de congelamento, e confundem a análise crioscópica (ROBIM, 2011). As legislações brasileiras que regulamentam os processos UAT não consideram que a adição de estabilizantes podem permitir que a incorporação de água não seja completamente retirada da matéria prima. Para a retirada completa do excesso de água, o valor mínimo do índice crioscópico deveria ser baseado no índice inicial do leite cru adicionado de citrato, o que requer uma adequação das normas de identidade e qualidade do leite UAT.

A variação da densidade em função do citrato de sódio foi menos acentuada quando comparada à variação da crioscopia (Tabela 1). Tratamentos com 0,05% e 0,075% de citrato de sódio não foram suficientes para alterar ( $p>0,05$ ) a densidade quando comparados ao tratamento controle. A média da densidade diferiu apenas a partir da adição de 0,1% de citrato de sódio, com aumento de  $0,0008\text{ g cm}^{-3}$  em relação ao tratamento controle.

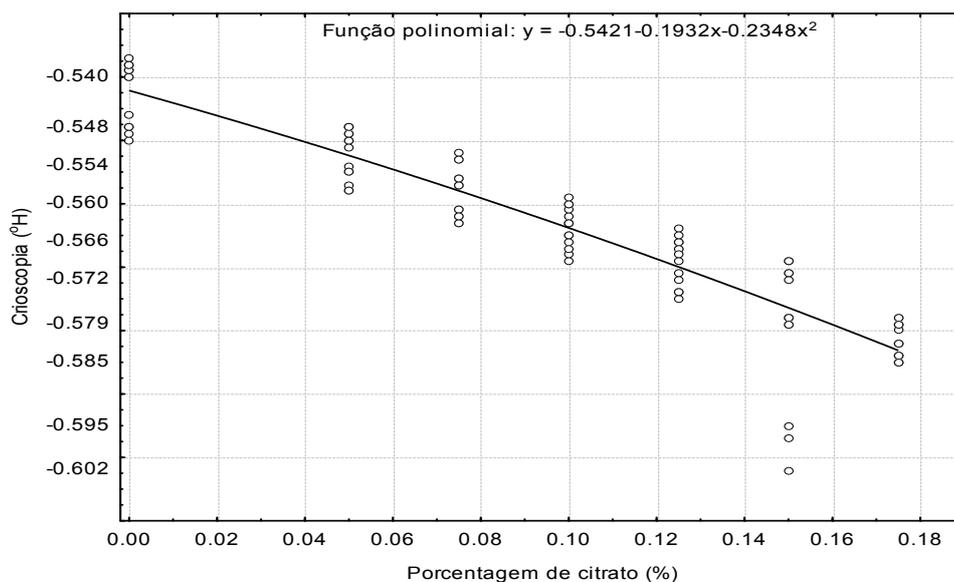
O citrato trissódico possui alta solubilidade à

$25^{\circ}\text{C}$  ( $425\text{ g L}^{-1}$ ), e cada molécula dissociada gera quatro íons livres, três cátions ( $\text{Na}^{+}$ ) e um ânion ( $\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7^{-3}$ ). Dessa forma, a adição de uma quantidade molar do citrato gera o quádruplo de moles quando em solução, ou seja, um aumento de 300% de moles de íons em um mesmo volume.

Considerando que a densidade molar do citrato de sódio é de  $258,07\text{ g mol}^{-1}$ , a adição da mesma quantidade molar de citrato não irá aumentar a massa da solução na mesma proporção em que a quantidade de íons livres aumentaria.

Como a densidade depende diretamente da massa para variar, e a crioscopia depende diretamente da quantidade de íons, a adição de uma mesma quantidade de citrato possui maior influência nos valores de crioscopia quando comparado aos valores de densidade. Esse fato pode ter contribuído para falta de diferença estatística obtida entre as médias de densidade em diferentes concentrações de citrato.

A função polinomial do citrato de sódio em relação à crioscopia nos permite inferir que a cada 0,01% de citrato de sódio que foi adicionado ao leite, a crioscopia caiu aproximadamente  $0,002^{\circ}\text{H}$  (Figura 1). Dentro do intervalo das concentrações estudadas, a parábola originada pelo experimento possui uma tênue concavidade voltada para baixo, mostrando que quanto maiores as concentrações de citrato de sódio, menores serão os valores da crioscopia.



**Figura 1.** Função polinomial do citrato de sódio em relação à crioscopia do leite.

A partir das funções polinomiais apresentadas, é possível calcular a densidade e a crioscopia do leite em função da concentração de citrato de sódio adicionada. Assim, a fórmula proposta para a crioscopia é:

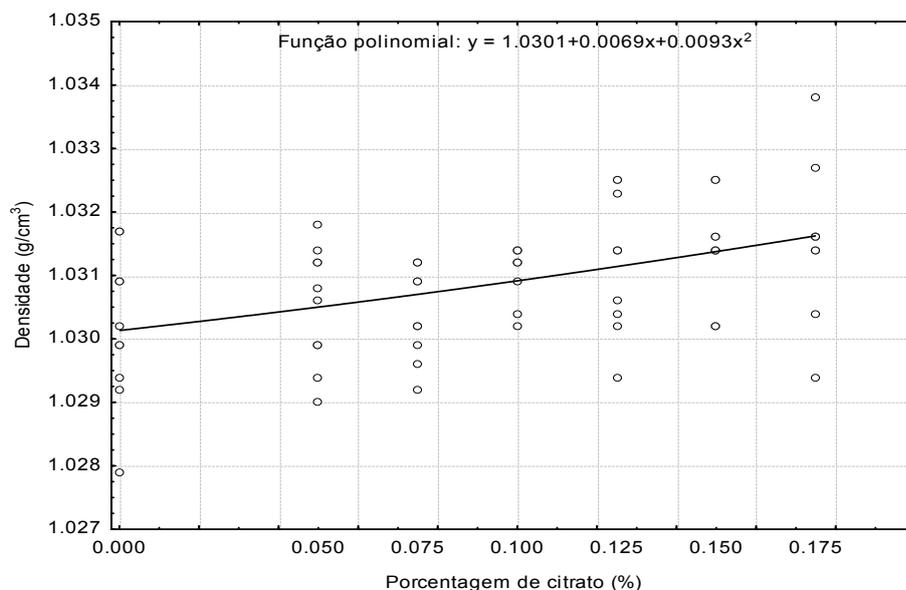
$$C_f = C_i - 0,1932 C_c - 0,2348 C_c^2$$

onde “ $C_f$ ” e “ $C_i$ ” são crioscopia final e inicial respectivamente, enquanto “ $C_c$ ” corresponde à con-

centração de citrato de sódio adicionada. Para densidade (Figura 2), a fórmula proposta é:

$$D_f = D_i - 0,0069 C_c - 0,0093 C_c^2$$

onde “ $D_f$ ” e “ $D_i$ ” são densidade final e inicial respectivamente.



**Figura 2.** Função polinomial do citrato de sódio em relação à densidade do leite.

A análise de variância mostrou que o fortificante foi capaz de influenciar a densidade e a crioscopia ( $p < 0,05$ ) (Tabela 2). Quando adicionado ao leite em concentrações maiores que 0,05%, o fortificante foi capaz de diminuir a crioscopia em 0,0024°

H quando comparado ao tratamento controle. A média da densidade diferiu ( $p < 0,05$ ) apenas no grupo com adição de 0,44% de fortificante, com aumento de 0,0034 g  $cm^{-3}$  em relação ao tratamento controle.

**Tabela 2.** Média ( $\bar{x}$ ) e desvio padrão ( $\sigma$ ) da densidade e crioscopia em diferentes porcentagens (% m/v) de fortificante adicionadas ao leite cru refrigerado.

	Densidade (g $cm^{-3}$ )		Crioscopia ( $^{\circ}H$ )	
	$\bar{x}$	$\sigma$	$\bar{x}$	$\sigma$
Controle	1,0303 <sup>ab</sup>	0,0010	-0,5433 <sup>a</sup>	0,0021
+0,007% (n=15)	1,0301 <sup>a</sup>	0,0011	-0,5435 <sup>a</sup>	0,0021
+0,014% (n=15)	1,0304 <sup>ab</sup>	0,0009	-0,5442 <sup>ab</sup>	0,0029
+0,056% (n=15)	1,0304 <sup>ab</sup>	0,0009	-0,5457 <sup>b</sup>	0,0028
+0,22% (n=15)	1,0310 <sup>b</sup>	0,0007	-0,5557 <sup>c</sup>	0,0026
+0,44% (n=15)	1,0337 <sup>c</sup>	0,0003	-0,6018 <sup>d</sup>	0,0031
Total (n=90)	1,0310	0,0015	-0,5557	0,0213

Médias seguidas por letras diferentes indicam significância no teste de Fisher ( $p < 0,05$ ); n= número de observações.

Na diluição recomendada pelo fabricante (0,007%), e até duas vezes mais concentrado (0,014%), o fortificante não alterou ( $p > 0,05$ ) as médias de densidade e crioscopia do leite. Como pode ser observado na tabela 2, o fortificante teve pouca capacidade para alterar os valores médios de crioscopia e densidade nas quatro concentrações estudadas.

Para a amostra com fortificante a 0,007%, não foi possível descobrir a quantidade de água a se adicionar como fraude, pois o índice crioscópico da

amostra controle e da amostra com fortificante não diferiram ( $p > 0,05$ ). Assim, a adição de fortificante na concentração recomendada pelo fabricante não altera ( $p > 0,05$ ) a crioscopia e a densidade do leite.

A função polinomial do fortificante em relação à crioscopia (Figura 3) e densidade (Figura 4) mostra que há um ligeiro platô desde a amostra controle (0%) até a concentração de 0,056% em ambas as variáveis, indicando que a parábola começa a originar uma concavidade voltada para baixo, na crios-

copia, a partir da concentração de 0,056%, e nesta mesma concentração, porém originando uma parábola com a concavidade voltada para cima, na densidade. Esses resultados mostram que o fortificante não foi capaz de aumentar a densidade quando adiciona-

do em concentrações oito vezes maiores em relação ao grupo controle. Em relação à crioscopia, o fortificante não foi capaz de diminuir o ponto de congelamento quando adicionado em concentrações duas vezes maiores em relação ao grupo controle.

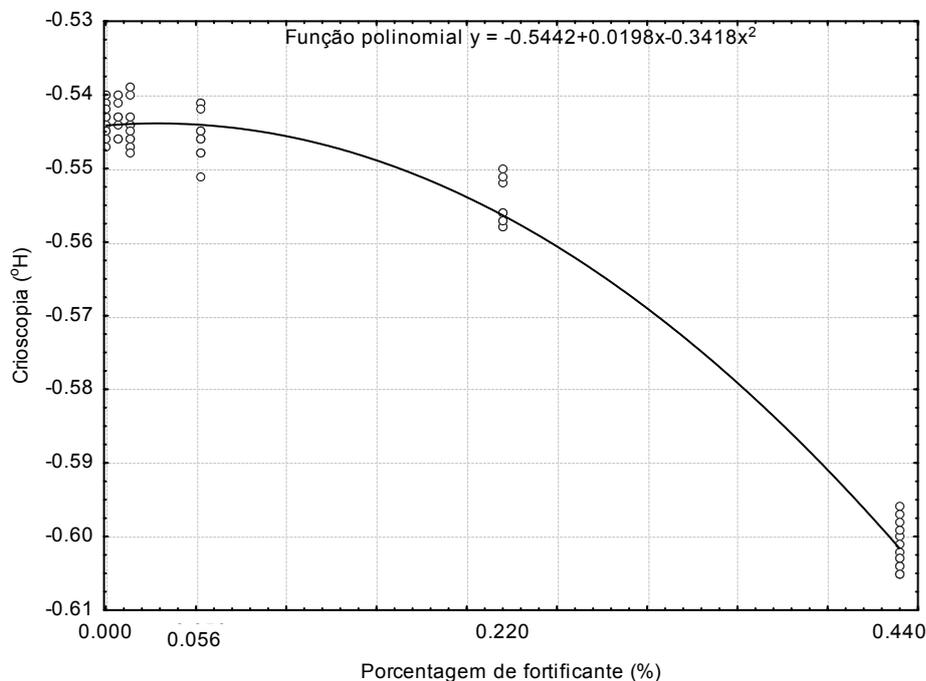


Figura 3. Função polinomial do fortificante em relação à crioscopia do leite.

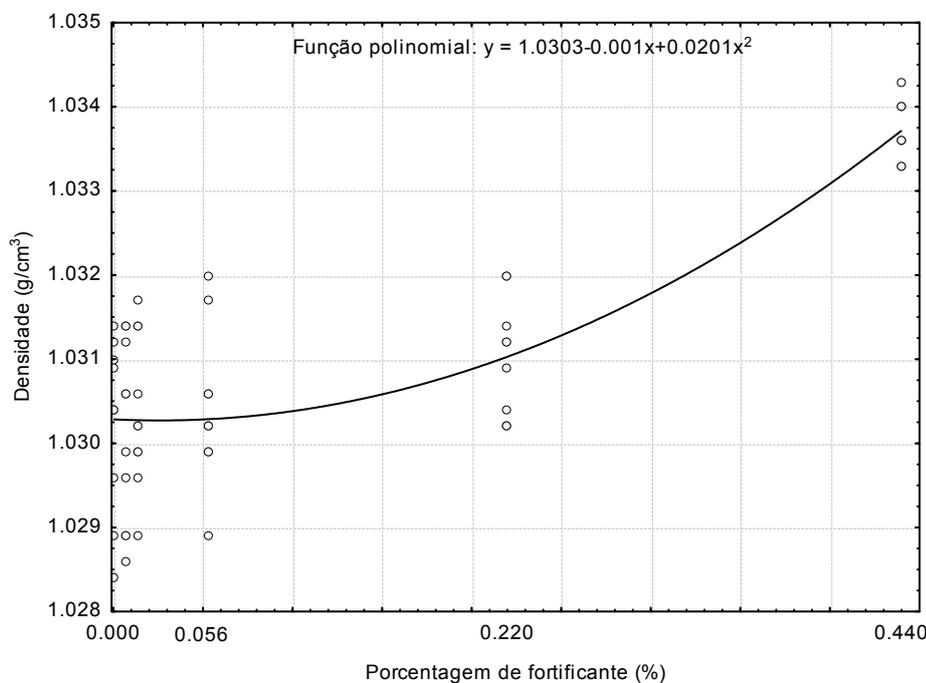


Figura 4. Função polinomial do fortificante em relação à densidade do leite.

Através da função polinomial é possível calcular a crioscopia e densidade do leite em função da concentração de fortificante adicionada, respectivamente. Assim, a fórmula proposta para crioscopia é:  $C_f = C_i + 0,0198CF - 0,341CF^2$ , onde “ $C_f$ ” e

“ $C_i$ ” correspondem a crioscopia final e inicial respectivamente, enquanto “ $CF$ ” corresponde à concentração de fortificante adicionada. Para a densidade, a fórmula proposta é:

$$D_f = D_i - 0,001CF + 0,0201CF^2$$

onde “ $D_f$ ” corresponde a densidade final e “ $D_i$ ” corresponde a densidade inicial.

Atualmente não há referências em relação a crioscopia e densidade do leite adicionado de fortificante, dessa forma não é possível conhecer o comportamento destes leites em tais análises. Porém, o comportamento individual de cada componente do fortificante em uma solução (vitaminas, ferro quelato e maltodextrina) é conhecido.

Dessa forma, os ingredientes pertencentes ao fortificante podem ser divididos de acordo com a disposição de partículas geradas em um meio aquoso: dissolução perfeita, suspensão ou emulsão. O primeiro tipo de disposição corresponde ao ferro quelato e ao acetato. Quando em meio aquoso, há dissociação do quelato e liberação de cátions (Fe e Na) e ânions (diversos agentes quelantes são ânions, como exemplo o ácido etileno-diamino-tetracético ou EDTA). Esses compostos têm influência principalmente nos valores de crioscopia, diminuindo o ponto de congelamento da solução, mas também aumentando os valores de densidade (ANDJELKOVIĆ et al., 2006).

Partículas em suspensão e emulsão correspondem respectivamente à maltodextrina e às vitaminas lipossolúveis (retinol e colecalciferol). Essas substâncias não possuem influência sobre o ponto de congelamento do leite, pois não se dissociam (BOURYA et al., 2010). Porém, terão efeito sobre a densidade. A maltodextrina usada no fortificante possui equivalente dextrose de 14,67%, e como todo polissacarídeo, atua aumentando a densidade quando adicionado no leite. Por sua vez, o retinol possui densidade de  $0,95 \text{ g cm}^{-3}$  e o colecalciferol de  $0,97 \text{ g cm}^{-3}$ , ambas menores que a do leite e da água, diminuindo a densidade quando adicionada nessas soluções.

O fortificante é composto de substâncias que podem aumentar ou diminuir a densidade do leite. Proporcionalmente, as frações que a aumentam estão em maior quantidade, fazendo com que a densidade final do leite aumente quando o fortificante é acrescentado em concentrações iguais ou maiores de 0,056%.

Caso a adição de fortificante seja igual ou superior a 0,056%, a adição fraudulenta de água no leite pode não ser detectada. Desse modo, a etapa de adição do fortificante ao leite na indústria deve ser considerada pelo controle de qualidade e ser passível de maior atenção dos órgãos fiscalizadores.

## CONCLUSÃO

Os resultados mostraram que a adição de citrato de sódio, mesmo dentro da porcentagem permitida pela legislação para leites UAT, foi capaz de alterar o ponto de congelamento e a densidade do leite. Caso a evaporação do excesso de água em leites UAT adicionados de 0,1% de citrato de sódio seja

baseada em  $-0,530^\circ\text{H}$ , é possível que a retirada da água incorporada no beneficiamento não seja completa, podendo estar presente em porcentagens superiores a 5%.

Por sua vez, a adição de fortificante na concentração recomendada pelo fabricante não alterou a crioscopia e a densidade do leite, não deixando margem para a adição fraudulenta de água pela indústria.

## REFERÊNCIAS

ANDJELKOVIĆ, M. et al. Iron-chelation properties of phenolic acids bearing catechol and galloyl groups. **Food Chemistry**, v. 98, n.1, p. 23-31, 2006.

BELOTI, V. et al. Alterações do ponto de congelamento do leite por adição do estabilizante citrato de sódio. In: IV CONGRESSO BRASILEIRO DE QUALIDADE DO LEITE, 4, 2010, Florianópolis, **Anais...** Florianópolis, 2010. p. 105.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Portaria nº 370, de 4 de setembro de 1997. **Diário Oficial [da] União**, Brasília, 8 de setembro de 1997. Seção 1, p. 1970.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº68, de 12 de dezembro de 2006. **Diário Oficial [da] União**, Brasília, 12 dez. 2006. Seção 1, p. 15.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº 62, de 29 de dezembro de 2011. **Diário Oficial [da] União**, Brasília, 31 dez. 2011. Seção 1, p. 119.

CASSOLI, L. D.; SARTORI, B.; MACHADO, P. F. The use of the fourier transform infrared spectroscopy to determine adulterants in raw milk. **Revista Brasileira de Zootecnia**, Viçosa, v. 40, n. 11, p. 2591-2596, 2011.

CRUZ, E. N.; SANTOS, E. P. Aguagem do leite: métodos básicos de identificação. In XI ENCONTRO DE INICIAÇÃO À DOCÊNCIA, 11, 2008, João Pessoa. **Anais...** João Pessoa, 2008. p. 47.

FREITAS, J. A.; SILVA, R. A. G.; NASCIMENTO, J. A. C. Características do leite líquido consumido em Belém, Pará. **Arquivo Brasileiro de Medicina Veterinária e Zootecnia**, Belo Horizonte, v. 47, n. 3, p. 435-445, 1995.

GONNETA, M.; LETHUAUTB, L.; BOURYA, F. New trends in encapsulation of liposoluble vitamins. **Journal of Controlled Release**, v. 146, n.3, p. 276-290, 2010.

INTERNATIONAL IDF Standard 141C:2000:

Whole milk - determination of milk fat, protein and lactose content. **Guidance on the operation of mid-infrared instruments**. Bruxelas, 2000.

MERCADO COMUM DO SUL (MERCOSUL). **Resolução 135/96 de 13 de Dezembro de 1996**. Disponível em: < [http://www.inmetro.gov.br/barreirastecnicas/PDF/GMC\\_RES\\_1996-135.pdf](http://www.inmetro.gov.br/barreirastecnicas/PDF/GMC_RES_1996-135.pdf)>. Acesso em 21 ago. 2013.

PARANÁ. Casa Civil do Governo do Estado do Paraná. Lei nº 16475, de 22 de Abril de 2010. **Diário Oficial do Estado do Paraná**, Curitiba, 22 abr. 2010. Edição 8205, p. 3.

ROBIM, M. S. **Avaliação de diferentes marcas de leite UAT comercializadas no estado do Rio de Janeiro e o efeito da fraude por aguagem na fabricação, composição e análise sensorial de iogurte**. 2011. 97p. Dissertação - Universidade Federal Fluminense, Niterói, 2011.

STATSOFT. Statistica, versão 7.0: data analysis software system. [S.l.]: Statsoft Inc. 2004.

TAMANINI, R. et. al. Contribuição ao estudo da qualidade microbiológica e físico-química do leite uht. **Revista do Instituto de Laticínios Cândido Tostes**, Juiz de Fora, v. 66, n. 382, p. 27-33, 2011.

TRONCO, V. M. **Manual para Inspeção da Qualidade do Leite**. Santa Maria: UFMS, 2008. 206 p.

VELOSO, A. C. A. et al. Detecção de adulterações em produtos alimentares contendo leite e/ou proteínas lácteas. **Química Nova**, São Paulo, v. 25, n. 4, p. 609-615, 2002.