

Foto: Rosângela Barbosa



Amostras Piloto no Controle da Qualidade dos Resultados da Composição Centesimal de Leite

Denilson Anthonisen¹Maria Edi Rocha Ribeiro²

Introdução

A Instrução Normativa 51, em vigor desde julho de 2005, constitui o marco legal do Programa Nacional de Melhoria da Qualidade de Leite do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA), e dita regulamentos técnicos para a produção, identidade, qualidade, coleta e transporte de leite. Dentre outros temas, o documento estabelece instruções para monitoramento da qualidade do leite (BRASIL, 2002).

A qualidade de um resultado laboratorial pressupõe o atendimento aos requisitos das normas. Para tanto, acabam sendo incorporadas práticas às rotinas de trabalho das equipes de laboratórios como validação de métodos, uso de controles internos de qualidade e de materiais de referência certificados e participação em ensaios de proficiência por comparação interlaboratorial (PONÇANO, 2009).

Cabe destacar, contudo, que não há número suficiente de materiais de referência para atender todas as técnicas analíticas usadas em escala laboratorial. Quando disponíveis, estes materiais aplicam-se a um

número limitado de técnicas analíticas e matrizes. Além disso, são muito caros, tendo em vista que poucos são produzidos no Brasil (ALVES e MORAES, 2003).

Um instrumento, descrito no Vocabulário Internacional de Metrologia (INMETRO, 2003), usado para controlar o processo de medição, é o padrão de controle. Dentro deste contexto, surgem os materiais de referência corporativos, adotados quando não se dispõe de material de referência adequado ou norma técnica referente ao produto que está sendo analisado. Estes materiais são normalmente aplicados quando se deseja avaliar a constância de resultados de análises de um produto ao longo do tempo (ALVES e MORAES, 2003). Correspondem aos padrões de trabalho, materiais utilizados rotineiramente para calibrar ou verificar medidas materializadas, instrumentos de medição ou materiais de referência (SILVA, 2005).

No contexto das análises químicas instrumentais, soma-se um fator de complexidade. Isso porque as medições químicas desta natureza são indiretas, ou seja, a informação sobre uma característica química é obtida por meio da medição de uma ou mais

¹ Bacharel em química; Mestre em Ciência e Tecnologia Agroindustrial; Analista da Embrapa Clima Temperado, Pelotas, RS, denilson@cpact.embrapa.br

² Médica Veterinária; Mestre em Veterinária; Pesquisadora da Embrapa Clima Temperado, Pelotas, RS, dindi@cpact.embrapa.br

propriedades físicas. Sendo assim, para conhecer o valor da medição química na unidade de interesse, é preciso reconhecer a relação matemática que existe com a propriedade física medida (ALVES e MORAES, 2003). O uso da matemática, entretanto, não se restringe ao processo de obtenção dos resultados, tendo em vista que no desenvolvimento e na aplicação dos procedimentos de medição, como também no tratamento dos resultados, as técnicas estatísticas são ferramentas indispensáveis. São essas técnicas que embasam os processos de validação de métodos analíticos, que envolvem o cálculo de diversos parâmetros como especificidade/seletividade, intervalo de trabalho, sensibilidade, exatidão e precisão (BRITO et al, 2003).

A precisão de um método analítico indica a concordância entre resultados de medidas independentes obtidas em uma amostra homogênea e sob condições pré-estabelecidas (LEITE, 1998). Barros (2002) acrescenta que a precisão pode ser expressa em termos de desvio padrão e desvio padrão relativo. Brito et al (2003), definem a precisão intermediária como a expressão das variações no mesmo laboratório em diferentes dias, com diferentes analistas e/ou diferentes equipamentos, entre outros.

Neste trabalho, verificou-se se propriedades relativas à qualidade do leite (gordura, proteína, lactose e sólidos totais) em amostras piloto, utilizadas pelo Laboratório de Qualidade do Leite da Embrapa Clima Temperado, são suficientemente homogêneas, viabilizando seu uso como padrão interno de controle ou de trabalho aplicável à verificação do instrumento utilizado em tais medições.

A avaliação da composição química das amostras piloto de leite foi conduzida no Laboratório de Qualidade do Leite. Foram efetuadas determinações do teor de gordura, proteína bruta, lactose e sólidos totais, por meio da técnica de análise instrumental de espectrofotometria de absorção molecular de radiação na região espectral do infravermelho, entre 2-15 μ m

(BENTLEY, 1998).

As amostras avaliadas foram obtidas por ordenha de rebanho mantido pela Embrapa no Sistema de Pesquisa e Desenvolvimento de Pecuária de Leite (SISPEL) no primeiro semestre de 2009, totalizando 35 amostras. Dois analistas alternaram-se na execução dos ensaios.

A avaliação estatística dos resultados foi feita em planilha eletrônica usando os seguintes parâmetros: amplitude, média aritmética, desvio padrão e coeficiente de variação (CV).

Os resultados obtidos nas determinações e sua análise estatística foram tabulados, de forma resumida (Tabela 1), para facilitar a avaliação e discussão sobre a precisão dos ensaios. É possível perceber que os valores obtidos para o desvio padrão variaram desde 0,089 até 0,353, respectivamente para lactose e sólidos. O maior coeficiente de variação foi encontrado nos resultados das determinações de gordura, 5,87%, enquanto o menor valor foi obtido para lactose, 2,15%.

Usando a espectroscopia no infravermelho para analisar sólidos totais, proteína e gordura em amostras de queijo, Sauer-Leal et al. (2008) obtiveram para o desvio padrão, respectivamente, 0,47, 0,36 e 0,43, todos superiores aos obtidos neste trabalho. Para as mesmas características, os valores obtidos pelos autores para o CV foram inferiores aos resultados apresentados na análise do leite em Pelotas/RS. Sauer-Leal et al. (2008), obtiveram, respectivamente para sólidos totais, proteína e gordura, 0,82%, 1,52% e 1,50%. Esse comportamento se repetiu ao comparar o desempenho da técnica usada para a avaliação do leite com a determinação de sólidos totais no vinho, na qual Moreira et al. (2009), obtiveram desvio padrão igual a 0,73 e CV de 2,23%.

Tabela 1. Avaliação estatística de resultados da composição centesimal de amostras de leite Jan/09 a Mai/09. Embrapa Clima Temperado, Capão do Leão, 2009.

Itens	Gordura	Proteína	Lactose	Sólidos totais
Primeira leitura em	07/01/09	07/01/09	07/01/09	07/01/09
Última leitura em	06/05/09	06/05/09	06/05/09	06/05/09
Graus de liberdade	34	34	34	34
Mínimo	3,85	3,39	3,85	12,48
Máximo	4,77	3,74	4,26	13,72
Média	4,40	3,56	4,13	13,15
Desvio padrão	0,258	0,103	0,089	0,353
CV (%)	5,87	2,89	2,15	2,68

Os valores obtidos para o desvio padrão e o coeficiente de variação indicam elevada precisão nas determinações dos teores de gordura, proteína bruta, lactose e sólidos totais, nas amostras de leite estudadas. As propriedades relativas à qualidade do leite estudadas são suficientemente homogêneas, atestando a viabilidade técnica do uso deste material como controle interno aplicável à verificação do instrumento utilizado nestas medições.

Referências

- LEITE, F. **Validação em análise química**. 3 ed. Campinas: Átomo, 1998. 224 p.
- BENTLEY INSTRUMENTS INC. **Bentley 2000 operator's manual**. Chaska: Bentley Instruments ., 1998. 79 p.
- BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. N° Instrução normativa n° 51, de 18 de set. de 2002. Regulamento técnico de identidade e qualidade do leite cru refrigerado. **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, Brasília, DF, n. 183, p. 13-22, 20 set. 2002. Seção 1.
- INMETRO. **Vocabulário internacional de termos fundamentais e gerais de metrologia**. 3. ed. Rio de Janeiro, 2003. 75 p.
- ALVES, N. P.; MORAES, D. N. de. **Metrologia química e a utilização de materiais de referência em medições químicas**. São José dos Campos: QUIMLAB - Universidade do Vale do Paraíba, 2003. 19 p.
- BARROS, C. B. de. Validação de métodos analíticos. **Biológico**, São Paulo, v. 64, n. 2, p. 175-177, jul./dez., 2002.
- SILVA, J. A. Calibração de padrões internos de trabalho e de instrumentos críticos. In: ENCONTRO PARA QUALIDADE DE LABORATÓRIOS, 5., 2005, São Paulo. **Anais...** São Paulo: REMESP, 2005. 1 CD-ROM.
- J. L. MOREIRA; A. M. MARCOS; P. BARROS. **Potencialidades da espectrometria de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) na análise de vinhos**. Disponível em: < www.deetc.isel.ipl.pt/JETC05/CCTE02/papers/finais/quimica/518.PDF > . Acesso em: 20 nov. 2009.
- SAUER-LEAL, E.; OKADA, F. M.; PERALTA-ZAMORA, P. Caracterização físico-química de queijo prato por espectroscopia no infravermelho e regressão de mínimos quadrados parciais. **Química Nova**, São Paulo, v. 31, n. 7, 1621-1625, 2008.
- BRITO, N. M.; AMARANTE JUNIOR, O. P.; POLESE, L.; RIBEIRO, M. L. Validação de métodos analíticos: estratégia e discussão. **Pesticidas: Revista de Ecotoxicologia e Meio Ambiente**, Curitiba, v. 13, p. 129-146, jan./dez. 2003.
- PONÇANO, V. M. L. **Competência laboratorial e ensaios de proficiência: avanços e desafios**. Disponível em: < http://www.anvisa.gov.br/institucional/snvs/coprh/seminario/qualidade_saude_vera.pdf > . Acesso em: 20 nov. 2009.

Comunicado Técnico, 223



Exemplares desta edição podem ser adquiridos na:

Embrapa Clima Temperado

Endereço: Caixa Postal 403

Fone/fax: (53) 3275 8199

E-mail: sac@cpact.embrapa.br

1ª edição

1ª impressão 2009: 20 exemplares

Comitê de publicações

Presidente: *Ariano Martins de Magalhães Júnior*

Secretária- Executiva: *Joseane Mary Lopes Garcia*

Membros: *José Carlos Leite Reis, Ana Paula Schneid Afonso, Giovani Theisen, Luis Antônio Suita de Castro, Flávio Luiz Carpena Carvalho, Christiane Rodrigues Congro Bertoldi e Regina das Graças Vasconcelos dos Santos*

Expediente

Supervisor editorial: *Antônio Luiz Oliveira Heberlê*

Revisão de texto: *Antônio Luiz Oliveira Heberlê*

Editoração eletrônica: *Sérgio Ilmar Vergara dos Santos*

Fotos: *Rosângela Barbosa*