

MEIOS FÍSICOS-QUÍMICOS NA QUANTIFICAÇÃO DA AGUAGEM DO LEITE

PHYSICAL-QUIMICAL METHODS FOR WATER DETERMINATION IN MILK

- (1) Nelcindo N. Terra
(1) Lorí S. Schmitz
(1) Cyro M. Schmitz
(2)' Isac Patrício da Silva

RESUMO

Os autores após adicionarem quantidades conhecidas d'água ao leite de vaca verificaram qual o método indicado para quantificar a aguagem segundo a sua intensidade. Comprovaram estatisticamente ser o método "B" (fraude em função do extrato seco total e gordura) indicado para quantificar aguagem de 9% a 29% e o método "D" (fórmula crioscópica) para aguagem de 9% e 39%.

SUMMARY

The authors added determined quantities of water to cow milk and studied the method indicated to determine the fraud, considering water intensity. The statistical analysis indicated the Method "B" (fraud in function of total dried extract and fat) to determine the moisture (fraud) of 9% to 29% and the Method "D" (crioscopic formula) for moisture (fraud) of 9% and 39%.

INTRODUÇÃO

A adição de água ao leite, a aguagem, é dentre as fraudes do leite a mais disseminada entre nós (21). Sua assiduidade é facilitada pelas características do produto que mascaram o delito assim pela existência de pequeno número de estabelecimentos higienizadores do leite (17). Esta última afirmação, já em âmbito nacional, é realçada pelo fato de que a literatura estrangeira de nossos dias abriga somente ensaios com o leite não mais "in natura" mas sim industrializado (5, 6, 11, 12, 13).

Vários são os métodos indicados para caracterizar e quantificar a aguagem (2, 8, 9, 10, 14, 16), todos porém baseados no fato de que a água adicionada dilui os diferentes componentes do leite.

No presente estudo adicionando quantidades conhecidas d'água (aguagem técnica) ao leite, nos propomos a verificar qual o método indicado para quantificar a aguagem segundo a intensidade da mesma.

-
- (1) Docentes do Departamento de Tecnologia Alimentar do Centro de Ciências Rurais da UFSM.
(2) Docente do Departamento de Matemática do Centro de Estudos Básicos da UFSM.

MATERIAL E MÉTODOS

O leite utilizado (10 amostras) foi obtido em granja não participante do comércio leiteiro, através da ordenha manual de vacas "Jersey" observando os cuidados preconizados pelo R.I.I.S.P.O.A. (2).

No laboratório o leite foi homogeneizado a temperatura de 38°C e dividido em cinco alíquotas. Com excessão da primeira alíquota, nas demais adicionamos água potável em quantidade crescentes posteriormente quantificadas com exatidão pela determinação do extrato seco total em estufa a 105°C (19).

Para a execução das provas de rotina (2) e uma de precisão (índice de refração) (2) utilizamos os Métodos constantes das Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz (19) enquanto que para a outra prova de precisão (índice crioscópico) utilizamos o Official Methods of Analysis of the Association of Official Agricultural Chemists (1).

A aguagem foi quantificada pelos Métodos A, B, C e D utilizando os Gráficos de Stuber (fraude em função do ponto crioscópico) e de PEREIRA (17) (fraude em função do extrato seco total e gordura) assim como as Fórmulas segundo o extrato seco desengordurado (16) e crioscopia (14) respectivamente.

A análise estatística foi elaborada segundo FISHER (7) COCHRAN & COX (4) e SCHEFFÉ (20), sendo que as tabelas foram fornecidas por OWEM (15). Os testes aplicados para cada alíquota obedeceram o seguinte esquema:

Hipótese nula: as médias das populações são iguais.

Hipótese alternativa: as médias das populações são diferentes.

Região crítica: F_1 F_1' para $i=1, 2, \dots, 5$ sendo " F_1 " e " F_1' "

os valores calculados e tabulados, respectivamente da distribuição " F ".

Nível de significância: $\alpha=5\%$.

Distribuição da amostragem: distribuição " F " de FISHER, com tres graus de liberdade no numerador e trinta e seis graus no denominador.

Na realização da análise estatística foi utilizado o computador IBM 1130 do Núcleo de Processamento de Dados da U.F.S.M.

RESULTADOS

Os resultados físicos-químicos encontram-se na TABELA 1 representando a média de tres determinações, enquanto que os da análise estatística são encontrados nas TABELAS II a VI, onde constam os valores calculados da distribuição " F " para a análise da variância. O programa para a redução dos dados e cálculos dos diversos valores de " F ", também consta dos resultados.

TABELA 1

Resultados médios obtidos com leite integral (zero % de aguagem técnica) e tecnicamente aguado.

Determinações	% Aguagem Técnica				
	AMOSTRA 1				
	zero	6,84	19,75	28,80	39,56
DENSIDADE (15°C)	32,2	29,0	25,3	22,8	19,4
UMIDADE (g %)	87,47	88,33	89,95	91,08	92,43
LIPÍDIOS (g %)	3,60	3,36	2,80	2,56	2,20
ACIDEZ (° DORNIC)	18,75	18,00	14,75	12,75	10,50
EXT. SECO TOTAL (g %) (Disco Ackermann)	12,63	11,53	9,94	9,02	7,75
EXT. SECO TOTAL (g %) (Estufa 100° C)	12,52	11,66	10,04	8,91	7,56
EXT. SECO DESENG. (g %)	9,03	8,17	7,14	6,46	5,55
GRAU REFRACTOMÉTRICO (20°C)	39,2	37,0	35,3	33,4	31,5
ÍNDICE CRIOSCÓPICO (°C)	-0,51	-0,47	-0,39	-0,35	-0,29
pH	7,00	7,10	7,14	7,16	7,21
AGUAGEM (%) (Gráfico Stuber) (A)	2,5	12,5	27,5	35,0	47,5
AGUAGEM (%) (Função Ext. seco e Gordura) (B)	zero	9,8	23,4	34,6	—
AGUAGEM (%) (Função Ext. seco desengordurado) (C)	zero	3,9	16,0	24,0	34,80
AGUAGEM (%) (Formúla Crioscópica) (D)	zero	6,18	20,69	28,23	38,74

TABELA 1

Resultados médios obtidos com leite integral (zero % de aguagem técnica) e tecnicamente aguado.

Determinações	% Aguagem Técnica				
	zero	9,89	21,36	29,20	38,60
DENSIDADE (15°C)	28,1	25,4	23,1	20,4	17,7
UMIDADE (g %)	86,66	87,84	89,51	90,54	92,52
LIPÍDIOS (g %)	5,20	4,40	4,00	3,43	3,00
ACIDEZ (° DORNIC)	18,50	16,00	14,25	11,00	9,50
EXT. SÊCO TOTAL (g %) (Disco Ackermann)	13,50	11,87	10,83	9,46	8,28
EXT. SÊCO TOTAL (g %) (Estufa 100° C)	13,34	12,16	10,49	9,46	7,48
EXT. SÊCO DESENG. (g %)	8,30	7,47	6,83	6,03	5,28
GRAU REFRACTOMÉTRICO (20°C)	38,0	35,8	33,9	32,2	30,4
ÍNDICE CRIOSCÓPICO (°C)	7,13	7,16	7,19	7,21	7,22
pH	-0,48	-0,43	-0,38	-0,32	-0,27
AGUAGEM (%) (Gráfico Stuber) (A)	10,0	20,0	30,0	40,0	50,0
AGUAGEM (%) (Função Ext. sêco e Gordura) (B)	zero	18,2	27,2	38,4	—
AGUAGEM (%) (Função Ext. sêco desengordurado) (C)	2,4	12,2	19,7	29,1	37,9
AGUAGEM (%) (Formúla Crioscópica) (D)	zero	8,78	17,90	29,87	39,78

TABELA 1

Resultados médios obtidos com leite integral (zero % de aguagem técnica) e tecnicamente aguado.

Determinações	% Aguagem Técnica				
	AMOSTRA 3				
	zero	9,60	20,33	28,65	39,11
DENSIDADE (15°C)	33,3	29,9	26,4	23,6	20,8
UMIDADE (g %)	85,16	86,66	88,25	89,47	90,97
LIPÍDIOS (g %)	5,10	4,50	3,86	3,20	2,90
ACIDEZ (° DORNIC)	21,00	18,75	16,00	14,75	12,00
EXT. SECO TOTAL (g %) (Disco Ackermann)	14,68	13,12	11,49	10,00	8,92
EXT. SECO TOTAL (g %) (Estufa 100° C)	14,74	13,33	11,74	10,53	8,97
EXT. SECO DESENG. (g %)	9,58	8,62	7,63	6,80	6,02
GRAU REFRACTOMETRICO (20°C)	40,2	38,0	36,3	34,2	32,2
ÍNDICE CRIOSCÓPICO (°C)	-0,54	-0,48	-0,42	-0,37	-0,31
pH	6,93	6,96	7,02	7,05	7,09
AGUAGEM (%) (Gráfico Stuber) (A)	2,5	10,0	22,5	30,0	42,5
AGUAGEM (%) (Função Ext. seco e Gordura) (B)	zero	—	16,8	28,4	—
AGUAGEM (%) (Função Ext. seco desengordurado) (C)	zero	zero	10,3	20,0	29,2
AGUAGEM (%) (Formúla Crioscópica) (D)	zero	9,53	19,41	27,73	38,23

TABELA 1

Resultados médios obtidos com leite integral (zero % de aguagem técnica) e tecnicamente aguado.

Determinações	% Aguagem Técnica				
	AMOSTRA 4				
	zero	9,38	19,43	29,64	39,77
DENSIDADE (15°C)	30,1	26,8	23,8	20,8	18,3
UMIDADE (g %)	87,09	88,31	89,60	90,92	92,23
LIPÍDIOS (g %)	4,30	3,80	3,40	2,90	2,46
ACIDEZ (° DORNIC)	18,50	17,25	14,75	12,75	11,00
EXT. SÊCO TOTAL (g %) (Disco Ackermann)	12,93	11,52	10,30	8,92	7,47
EXT. SÊCO TOTAL (g %) (Estufa 100° C)	12,90	11,69	10,39	9,07	7,77
EXT. SÊCO DESENG. (g %)	8,63	7,72	6,90	6,02	5,01
GRAU REFRACTOMÉTRICO (20°C)	38,1	36,5	34,6	32,6	29,6
ÍNDICE CRIOSCÓPICO (°C)	-0,48	-0,42	-0,41	-0,33	-0,27
pH	6,97	7,02	7,03	7,08	7,12
AGUAGEM (%) (Gráfico Stuber) (A)	10,0	22,5	25,0	37,5	50,0
AGUAGEM (%) (Função Ext. sêco e Gordura) (B)	2,2	15,2	26,8	—	—
AGUAGEM (%) (Função Ext. sêco desengordurado) (C)	zero	9,1	18,8	29,1	41,0
AGUAGEM (%) (Formúla Crioscópica) (D)	zero	10,59	12,54	28,18	39,65

T A B E L A 1

Resultados médios obtidos com leite integral (zero % de aguagem técnica) e tecnicamente aguado.

D e t e r m i n a ç õ e s	% Aguagem Técnica				
	AMOSTRA 5				
	zero	8,10	19,00	28,64	39,53
DENSIDADE (15°C)	31,4	27,9	24,6	22,3	19,1
UMIDADE (g %)	86,86	87,95	89,34	90,64	92,05
LIPÍDIOS (g %)	4,40	4,00	3,60	3,10	2,60
ACIDEZ (° DORNIC)	19,25	17,25	15,75	13,50	11,75
EXT. SÊCO TOTAL (g %) (Disco Ackermann)	13,37	12,03	10,74	9,55	8,15
EXT. SÊCO TOTAL (g %) (Estufa 100° C)	13,14	12,05	10,65	9,35	7,95
EXT. SÊCO DESENG. (g %)	8,97	8,03	7,14	6,45	5,55
GRAU REFRACTOMÉTRICO (20°C)	38,5	36,9	34,9	32,9	31,3
ÍNDICE CRIOSCÓPICO (°C)	-0,50	-0,44	-0,39	-0,35	-0,28
pH	6,95	7,03	7,05	7,07	7,10
AGUAGEM (%) (Gráfico Stuber) (A)	7,5	17,5	27,5	32,5	47,5
AGUAGEM (%) (Função Ext. sêco e Gordura) (B)	—	11,2	23,4	33,4	—
AGUAGEM (%) (Função Ext. sêco desengordurado) (C)	zero	5,5	16,0	24,1	34,7
AGUAGEM (%) (Formúla Crioscópica) (D)	zero	10,55	19,65	27,19	40,50

TABELA 1

Resultados médios obtidos com leite integral (zero % de aguagem técnica) e tecnicamente aguado.

Determinações	% Aguagem Técnica				
	zero	13,95	19,25	30,39	39,14
DENSIDADE (15°C)	34,6	29,9	27,1	23,8	21,5
UMIDADE (g %)	84,20	86,40	87,24	89,00	90,38
LÍPIDIOS (g %)	5,60	5,00	4,50	4,00	3,40
ACIDEZ (° DORNIC)	19,50	17,75	16,25	14,25	11,75
EXT. SÊCO TOTAL (g %) (Disco Ackermann)	15,63	13,72	12,42	11,00	9,70
EXT. SÊCO TOTAL (g %) (Estufa 100° C)	15,79	13,59	12,75	11,00	9,61
EXT. SÊCO DESENG. (g %)	10,03	8,72	7,92	7,00	6,30
GRAU REFRACTOMÉTRICO (20°C)	40,6	37,8	36,6	34,4	32,5
ÍNDICE CRIOSCÓPICO (°C)	-0,51	-0,48	-0,45	-0,38	-0,33
pH	6,91	6,95	6,96	7,00	7,05
AGUAGEM (%) (Gráfico Stuber) (A)	5,0	10,0	17,5	27,5	37,5
AGUAGEM (%) (Função Ext. sêco e Gordura) (B)	—	—	12,0	25,0	35,2
AGUAGEM (%) (Função Ext. sêco desengordurado) (C)	zero	zero	6,8	17,6	25,8
AGUAGEM (%) (Formúla Crioscópica) (D)	zero	4,32	9,59	22,25	31,63

TABELA 1

Resultados médios obtidos com leite integral (zero % de aguagem técnica) e tecnicamente aguado.

Determinações	% Aguagem Técnica				
	AMOSTRA 7				
	zero	9,10	19,90	31,33	39,93
DENSIDADE (15°C)	31,4	28,8	25,3	22,4	19,4
UMIDADE (g %)	86,29	87,53	88,98	90,58	91,76
LIPÍDIOS (g %)	4,53	4,10	3,70	3,20	2,60
ACIDEZ (° DORNIC)	18,25	16,25	14,00	13,00	11,75
EXT. SÊCO TOTAL (g %) (Disco Ackermann)	13,53	12,37	11,02	9,69	8,13
EXT. SÊCO TOTAL (g %) (Estufa 100° C)	13,71	12,46	11,01	9,42	8,23
EXT. SÊCO DESENG. (g %)	9,00	8,27	7,32	6,49	5,53
GRAU REFRACTOMÉTRICO (20°C)	38,9	37,1	35,0	33,0	31,0
ÍNDICE CRIOSCÓPICO (°C)	-0,50	-0,44	-0,39	-0,33	-0,29
pH	6,95	6,97	7,00	7,05	7,16
AGUAGEM (%) (Gráfico Stuber) (A)	7,5	17,5	27,5	37,5	47,5
AGUAGEM (%) (Função Ext. sêco e Gordura) (B)	—	7,0	21,0	32,8	—
AGUAGEM (%) (Função Ext. sêco desengordurado) (C)	zero	2,7	13,8	23,6	34,9
AGUAGEM (%) (Formúla Crioscópica) (D)	zero	10,50	19,57	30,79	38,54

TABELA 1

Resultados médios obtidos com leite integral (zero % de aguagem técnica) e tecnicamente aguado.

Determinações	% Aguagem Técnica				
	AMOSTRA 8				
	zero	9,83	20,43	29,10	39,16
DENSIDADE (15°C)	31,2	27,9	25,2	21,9	19,2
UMIDADE (g %)	85,58	87,08	88,60	90,02	91,28
LIPÍDIOS (g %)	4,96	4,50	4,00	3,50	3,03
ACIDEZ (° DORNIC)	20,00	18,00	16,25	13,00	10,25
EXT. SECO TOTAL (g %) (Disco Ackermann)	13,99	12,63	11,36	9,93	8,46
EXT. SECO TOTAL (g %) (Estufa 100° C)	14,32	12,92	11,39	9,98	8,71
EXT. SECO DESENG. (g %)	9,03	8,13	7,36	6,43	5,43
GRAU REFRACTOMÉTRICO (20°C)	38,3	36,3	34,6	32,7	30,9
ÍNDICE CRIOSCÓPICO (°C)	-0,49	-0,45	-0,38	-0,33	-0,28
pH	6,92	6,96	7,00	7,02	7,06
AGUAGEM (%) (Gráfico Stuber) (A)	7,5	17,5	27,5	37,5	47,5
AGUAGEM (%) (Função Ext. seco e Gordura) (B)	—	9,2	20,0	33,2	—
AGUAGEM (%) (Função Ext. seco desengordurado) (C)	zero	4,3	13,4	24,3	36,1
AGUAGEM (%) (Formúla Crioscópica) (D)	zero	6,96	19,49	28,80	38,34

TABELA 1

Resultados médios obtidos com leite integral (zero % de aguagem técnica) e tecnicamente aguado.

Determinações	% Aguagem Técnica				
	AMOSTRA 9				
	zero	9,00	20,20	30,00	40,80
DENSIDADE (15°C)	28,4	26,2	23,1	20,6	17,4
UMIDADE (g %)	86,00	87,24	88,77	90,25	91,63
LIPÍDIOS (g %)	5,50	5,00	4,50	3,90	3,30
ACIDEZ (° DORNIC)	18,00	15,75	13,25	11,75	10,00
EXT. SÊCO TOTAL (g %) (Disco Ackermann)	13,94	12,78	11,41	10,08	8,57
EXT. SÊCO TOTAL (g %) (Estufa 100° C)	14,00	12,76	11,22	9,78	8,36
EXT. SÊCO DESENG. (g %)	8,44	7,78	6,91	6,18	5,27
GRAU REFRACTOMÉTRICO (20°C)	37,4	35,6	33,6	31,9	29,0
ÍNDICE CRIOSCÓPICO (°C)	-0,48	-0,43	-0,38	-0,33	-0,28
pH	6,82	6,84	6,84	6,86	7,05
AGUAGEM (%) (Gráfico Stuber) (A)	12,5	20,0	30,0	37,5	47,5
AGUAGEM (%) (Função Ext. sêco e Gordura) (B)	—	13,6	26,0	36,4	—
AGUAGEM (%) (Função Ext. sêco desengordurado) (C)	0,7	8,4	18,7	27,3	38,0
AGUAGEM (%) (Formúla Crioscópica) (D)	zero	8,72	17,75	27,96	37,57

TABELA 1

Resultados médios obtidos com leite integral (zero % de aguagem técnica) e tecnicamente aguado.

Determinações	% Aguagem Técnica				
	AMOSTRA 10				
	zero	8,97	19,99	29,41	39,62
DENSIDADE (15°C)	33,0	30,1	26,8	23,6	20,0
UMIDADE (g %)	86,83	88,02	89,48	90,88	92,05
LÍPIDIOS (g %)	3,70	3,40	3,00	2,60	2,23
ACIDEZ (° DORNIC)	20,00	19,00	17,00	14,75	12,25
EXT. SÊCO TOTAL (g %) (Disco Ackermann)	12,95	11,83	10,56	9,11	7,90
EXT. SÊCO TOTAL (g %) (Estufa 100° C)	13,16	11,98	10,53	9,29	7,94
EXT. SÊCO DESENG. (g %)	9,25	8,53	7,56	6,51	5,70
GRAU REFRACTOMÉTRICO (20°C)	38,8	36,9	34,8	32,8	30,9
ÍNDICE CRIOSCÓPICO (°C)	-0,51	-0,45	-0,40	-0,35	-0,30
pH	6,51	6,54	6,60	6,62	6,66
AGUAGEM (%) (Gráfico Stuber) (A)	5,0	17,5	27,5	37,5	42,5
AGUAGEM (%) (Função Ext. sêco e Gordura) (B)	zero	5,6	18,0	33,0	—
AGUAGEM (%) (Função Ext. sêco desengordurado) (C)	zero	zero	11,0	23,4	32,9
AGUAGEM (%) (Formúla Crioscópica) (D)	zero	9,68	18,78	28,12	37,74

TABELA II

Análise de variância da alíquota 1, isenta de aguação

METODOS	A	B	C	D
DIFER.				
1	2.50	0.00	0.00	0.00
2	10.00	0.00	2.40	0.00
3	2.50	0.00	0.00	0.00
4	10.00	2.20	0.00	0.00
5	7.50	0.00	0.00	0.00
6	5.00	0.00	0.00	0.00
7	7.50	0.00	0.00	0.00
8	7.50	0.00	0.00	0.00
9	12.50	0.00	0.70	0.00
10	5.00	0.00	0.00	0.00
TOTAL	70.00	2.20	3.10	0.00
SOMATÓRIO TOTAL		75.30		

FONTE DE VARIÇÃO	GRAU DE LIBERDADE	SOMA DE QUADRADOS	QUADRADO MEDIO	F
TRATAM.	3	349.69	116.56	39.16
ERRO	36	107.14	2.97	
TOTAL	39	456.83		

TABELA III

Análise de variância da alíquota 2, aguagem média de 9,4%

METODOS	A	B	C	D
DETER.				
1	12.50	9.80	3.90	6.18
2	20.00	18.20	12.20	8.78
3	10.00	0.00	0.00	9.53
4	22.50	15.20	9.10	10.59
5	17.50	11.20	5.50	10.55
6	10.00	0.00	0.00	4.32
7	17.50	7.00	2.70	10.50
8	17.50	9.20	4.30	6.96
9	20.00	13.60	8.40	8.72
10	17.50	5.60	0.00	9.68
TOTAL	165.00	89.80	46.10	85.81
SOMATORIO TOTAL		386.71		

FONTE DE VARIACÃO	GRAU DE LIBERDADE	SOMA DE QUADRADOS	QUADRADO MEDIO	F
TRATAM.	3	739.14	246.38	12.78
ERRO	36	693.54	19.26	
TOTAL	39	1432.68		

TABELA IV

Análise de variância da alíquota 3 com aguação média de 20,0%

METODOS	A	B	C	D
DETER.				
1	27.50	23.40	16.00	20.69
2	30.00	27.20	19.70	17.90
3	22.50	16.80	10.30	19.40
4	25.00	26.80	18.80	12.50
5	27.50	23.40	16.00	19.65
6	17.50	12.00	6.80	9.59
7	27.50	21.00	13.80	19.57
8	27.50	20.00	13.40	19.49
9	30.00	26.00	18.70	17.75
10	27.50	18.00	11.00	18.78
TOTAL	262.50	214.60	144.50	175.32
SOMATORIO TOTAL		796.92		

FONTE DE VARIACAO	GRAU DE LIBERDADE	SOMA DE QUADRADOS	QUADRADO MEDIO	F
TRATAM.	3	780.63	260.21	15.16
ERRO	36	617.82	17.16	
TOTAL	39	1398.45		

TABELA V

Análise de variância da alíquota 4 com aguçagem média de 29.5%

MÉTODOS	A	B	C	D
DETER.				
1	35.00	34.60	24.00	28.20
2	40.00	38.40	29.10	29.90
3	30.00	28.40	20.00	27.70
4	37.50	0.00	29.10	28.20
5	32.50	33.40	24.10	27.20
6	27.50	25.00	17.60	22.30
7	37.50	32.80	23.60	30.80
8	37.50	33.20	24.30	28.80
9	37.50	36.40	27.30	27.96
10	37.50	33.00	23.40	28.10
TOTAL	352.50	295.20	242.50	279.15
SOMATORIO TOTAL		1169.36		

FONTE DE VARIACÃO	GRAU DE LIBERDADE	SOMA DE QUADRADOS	QUADRADO MEDIO	F
TRATAM.	3	628.50	209.50	5.36
ERRO	36	1404.85	39.02	
TOTAL	39	2033.36		

TABELA VI

Análise de variância da aliquota 5 com aguação média de 39.4 %

METODOS	A	B	C	D
DETER.				
1	47.50	0.00	34.80	38.70
2	50.00	0.00	37.90	39.80
3	42.50	0.00	29.20	38.20
4	50.00	0.00	41.00	39.60
5	47.50	0.00	34.70	40.50
6	37.50	35.20	25.80	31.60
7	47.50	0.00	34.90	38.54
8	47.50	0.00	36.10	38.30
9	47.50	0.00	38.00	37.60
10	42.50	0.00	32.90	37.70
TOTAL	460.00	35.20	345.29	380.53
SOMATORIO TOTAL		1221.04		

FONTE DE VARIACÃO	GRAU DE LIBERDADE	SOMA DE QUADRADOS	QUADRADO MEDIO	F
TRATAM.	3	10.414.70	3471.56	84.18
ERRO	36	1.484.48	41.23	
TOTAL	39	11.899.18		

DISCUSSÃO

Dada a imprecisão das provas de rotina quando utilizadas isoladamente (2) lançamos mão de algumas de suas determinações para a obtenção dos subsídios necessários a utilização dos Métodos "B" e "C", Métodos estes empregados como rotina (17, 21) apesar das restrições impostas por GODED Y MUR (9) que para tal reconhece o uso de algumas constantes que nos parecem de demoradíssima execução. Para o Método "B", na determinação do Extrato seco total, utilizamos a estufa e não o Disco de Ackermann pois este último tendo sido elaborado segundo médias de gordura e densidade alienígenas (17) poderia adicionar ao Método em questão erros que viessem possibilitar más interpretações.

As provas de precisão (refratometria e crioscopia) foram utilizadas na caracterização da aguagem, visto retratarem as substâncias dissolvidas no leite (8). Todo o índice de refração inferior a 37° Zeiss (20°C) indica aguagem (2). Pela TABELA I verificamos que tanto na amostra 1 como na amostra 3 as aguagens de 6,84% e 9,60% não foram caracterizadas por tal prática. A crioscopia ao lado de poder ser utilizada para detectar a aguagem foi empregada na utilização dos Métodos "A" e "D". Segundo a legislação em vigor (2) o índice crioscópico mísmo deverá ser de $-0,55^{\circ}\text{C}$. Nenhuma das amostras genuínas (isentas de aguagem) analisadas apresentaram o índice acima mencionado o que evidencia a necessidade de utilização de dados locais (18). Quando da utilização do Método "D" (fórmula crioscópica) para cada amostra foi considerado padrão o índice crioscópico da alíquota isenta de aguagem técnica, face ponderação anterior.

Para a verificação de qual o melhor Método para quantificar a aguagem segundo os diferentes níveis (alíquota 2 a 5) surgiram duas hipóteses. A hipótese nula que queremos testar, em nível de significância especificado, é se as médias das cinco populações (para cada alíquota dispomos de cinco amostras aleatórias de tamanho dez, provenientes de cinco populações) são iguais. A hipótese alternativa é se as diferenças entre as médias não são devidas ao acaso. Rejeitando a hipótese nula, em consequência aceitando a alternativa através da distribuição de FISHER comparamos as médias aritméticas das determinações dos Métodos "A", "B", "C" e "D" com os padrões de cada alíquota. Assim sob forma tabular, temos:

ALI- QUOTA	(*) P _I	-(**) X _A	-(**) X _B	-(**) X _C	-(**) X _D	F _I	F _I '
1	0.0	7.0	0.2	0.3	0.0	39.16	2.84
2	9.4	16.5	9.0	4.6	8.6	12.78	2.84
3	20.0	26.3	21.5	14.4	17.5	15.16	2.84
4	29.5	35.2	29.5	24.2	27.9	5.36	2.84
5	39.4	46.0	3.5	34.5	38.0	84.18	2.84

(*) Padrões de cada alíquota

(**) Médias aritméticas das determinações dos métodos em cada alíquota

Constatamos através da TABELA I que os Métodos "A", "B" e "C" revelaram aguagem mesmo em leite genuíno (isento de adição d'água). Enquanto que para o Método "A" tal vulnerabilidade foi constante ao longo das dez amostras ensaiadas, para os Métodos "B" e "C" foi apenas nas amostras 4, 2 e 9, caracterizando a não completa adaptação do leite às fórmulas matemáticas (3).

O Método "B" apresentou o inconveniente de nas aguagens em níveis elevados (maior que 38%) mostrar-se incapaz de caracterizá-las face o teor de extrato seco total, nestes casos, ser menor do que o limite inferior considerado no mencionado gráfico, provavelmente o autor do gráfico assim procedeu tendo em vista de que a aguagem em níveis tão elevados é prática pouco comum.

CONCLUSÕES

1.º — Tanto o índice de refração como o índice crioscópico poderão ser utilizados na caracterização da aguagem desde que sejam comparados com os respectivos limites mínimos da região geográfica considerada.

2.º — O Método "D" (fórmula crioscópica) foi o único a não acusar aguagem quando aplicado em leite genuíno (isento de adição de água).

3.º — Através da análise estatística verificou-se ser o Método "B" (fraude em função do extrato seco total e gordura) o indicado para quantificar as aguagens de 9,4%, 20,0% e 29,5%, enquanto que o Método "D" (fórmula crioscópica) é o indicado para as aguagens de 9,4% e 39,4%.

4.º — Não encontramos um único método que seja ideal na quantificação da aguagem em todos os diferentes níveis ensaiados 10 a 40%.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1 — ASSOCIATION OF OFFICIAL AGRICULTURAL CHEMISTS, Washington, D. C. — *Official Methods of Analysis of the Association of Official Agricultural Chemists*, 10 ed Washington, D. C., William Horwitz, 1965, p. 227-230.
- 2 — BRASIL. MINISTERIO DA AGRICULTURA — Serviço de Inspeção de Produtos Agropecuários e Materiais Agrícolas. *Regulamento da inspeção industrial e sanitária dos produtos de origem animal*. Rio de Janeiro. 1962.
- 3 — CECILIA, C. A. — *Enciclopédia de la leche*. Madrid, Espasa-Calpe, S.A., 1956, p. 899.
- 4 — COCHRAN, W. G. & COX, G. M. — *Experimental design*, New York, John Wiley, 1957
- 5 — DE MOOR, H. et alii — Determination of moisture in spray-dried whole milk powder by four methods. *Meded. Rijksfac Landbouwwetensch. Gent* 33 (1): 151-69, 1968.
- 6 — DE MOOR, H. & HENDRICK, H. — Determination of moisture spray and roller died whey powder with the Karl Fischer titration method. *Meded. Rijksfac Landbouwwetensch. Gent* 33 (1): 235-46, 1968.

- 7 — FISHER, R. A. — **The design of experiments**, Edinburg, Oliver and Boyd, 1935.
- 8 — FLEISCHMANN, W. — **Tratado de Lecheria**. Barcelona, Gustavo Gile, 1924, p. 150-154.
- 9 — GODED Y MUR — **La leche y sus adulteraciones**. 2.^a ed. Madrid., Sociedad Anonima Española de Traductores y Autores, 1946, p. 167-176.
- 10 — ——— — **Técnicas Modernas aplicadas al analisis de la leche**. Madrid, Editorial Dossat S.A., 1966, p. 317-320.
- 11 — HENDRICK, H. et alii — Determination of moisture in spray dried skim milk powder by four methods. **Meded Rijksfac Landbowwetensh Gent**. 23 (2): 377-86, 1968.
- 12 — HEINRICH, C. — Thermogravimetric determination of moisture in milk powder. **Milchwissenschaft** 25 (7): 387-91, 1970.
- 13 — HENDRICK, H. & DE MOOR, H. — Determination of moisture in drum dried whole and skim milk powder by four methods. **Heded. Fac. Landbowwetensch. Rijksuniv. Gent**. 35 (1) : 177-84, 1970.
- 14 — MONTES, A.L. — **Bromatologia** — Buenos Aires, Editorial Universitária de Buenos Aires, 1966, p. 65.
- 15 — OWEN, D.B. — **Handbook of statistical tables**. Massachussets, Addison-Wesley Publishing Company Inc., 1962.
- 16 — PELLERIN, G. — **Guide pratique de l'expert chimiste en denrées alimentaires**. 2.^a ed., Paris, A. Maloine editeur, 1910, p. 516.
- 17 — PEREIRA, J.F. — Calculador de extrato seco e aguagem do leite. **Revista da Fac. de Farmácia e Odontologia da Universidade de Juiz de Fora**. (1) : 56-73, 1968.
- 18 — ROBERTSON, A.H. — Cryoscopy of milk, A. 1954-1956 Survey. **Journal of the Association of Agricultural Chemists** 40 (2) : 618-660, 1957.
- 19 — SÃO PAULO. SECRETARIA DA SAÚDE PÚBLICA — **Normas Analíticas do Instituto Adolfo Lutz**. São Paulo, 1, 1967, p. 132-137.
- 20 — SCHEFFÉ, H. — **The analysis of variance**. New York, John Wiley, 1959.
- 21 — TERRA, N.N. — **Algumas características de leite distribuido à cidade de Santa Maria**, Santa Maria, 1969. (Tese, Faculdade de Farmácia e Bioquímica, mimeografada).