

## ESTUDO DA QUALIDADE DE MANTEIGAS POR FOSFATASE ALCALINA E ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS

### Study of quality of butter by alkaline phosphatase and physico-chemical analysis

Luana Cristina Andrade da Silva<sup>1\*</sup>

Maurício de Oliveira Leite<sup>1</sup>

Mariana Barboza Vinha<sup>2</sup>

Sebastião César Cardoso Brandão<sup>1</sup>

Cláudia Lúcia de Oliveira Pinto<sup>2</sup>

Antônio Fernandes de Carvalho<sup>1</sup>

#### RESUMO

Foram avaliadas as características físico-químicas e atividade da fosfatase alcalina em manteigas comercializadas em Viçosa-MG. As amostras foram coletadas e avaliadas entre agosto e novembro de 2007. Foram utilizadas amostras indicativas de três lotes de dez marcas de manteiga em um total de trinta amostras, submetidas à análise de fosfatase alcalina pelo método modificado de *Sharer* e as análises físico-químicas foram realizadas de acordo com a Instrução Normativa 68 de 12/2006 do Ministério de Agricultura Pecuária e Abastecimento (MAPA). As amostras apresentaram atividade de fosfatase alcalina em 50% das marcas em pelo menos um lote; 46,66% das amostras indicativas de lote apresentaram umidade fora do padrão; 37% das amostras analisadas apresentaram matéria gorda fora do padrão; 73,33% das amostras apresentaram extrato seco desengordurado acima do limite máximo estabelecido; 13,33% das amostras apresentaram valores superiores de acidez; 50% das amostras apresentaram índice de peróxido fora do padrão e apenas uma amostra indicativa de um lote de uma marca apresentou percentual de NaCl acima do padrão estabelecido.

**Termos para indexação:** manteiga, controle de qualidade, fosfatase alcalina.

#### 1 INTRODUÇÃO

De acordo com o Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento (MAPA) manteiga entende-se o produto gorduroso obtido exclusivamente pela bateção e malaxagem, com ou sem modificação biológica de creme pasteurizado derivado exclusivamente do leite de vaca, por promessa tecnologicamente adequada. A matéria gorda da manteiga deverá estar composta exclusivamente de gordura láctea (Brasil, 1996c). O produto pode ou não ser adicionado de cloreto de sódio, sendo classificado como extra e de primeira qualidade, por avaliação sensorial (Brasil, 1996c; Valsechi, 2001). A classificação de manteiga comum é designada para o produto que pode ser obtido do creme ou da gordura extraídos do desnate do leite ácido ou do soro resultante da fabricação de queijos,

para comercialização exclusiva em território nacional (Brasil, 2000a).

A produção de leite no Brasil em 2007 foi de, aproximadamente, 26 bilhões de litros, sendo que 17.889 bilhões de litros (68%) foram controlados pelos Serviços de Inspeção e o restante comercializado no mercado informal (Brasil, 2000a). Do total, apenas 3% foi direcionado à produção de manteiga, cremes e doce de leite. O consumo per capita de manteiga no Brasil é baixo (0,4 kg/pessoa/ano) comparado ao de outros países como Estados Unidos (2,2 kg/pessoa/ano) e Canadá (2,5 kg/pessoa/ano) (EMBRAPA, 2009).

A qualidade da manteiga depende da qualidade da matéria-prima, tratamento térmico do creme, presença e atividade de microrganismos indesejáveis e procedimentos higiênico-sanitários de processamento e armazenagem (Behmer, 2004).

1 Universidade Federal de Viçosa, Departamento de Ciência e Tecnologia de Alimentos, Laboratório de Análise de Leite, 0xx31 3899 1850, Av. PH Rolfs, s/n, Centro, Viçosa - MG, Brasil, CEP 36570-000. 031 3899 1850. \* Email: luana\_cristinaa@hotmail.com.

2 Empresa de Pesquisa Agropecuária de Minas Gerais - EPAMIG, Zona da Mata. 0xx31 3891 2646. Vila Gianetti, casa 46, campus UFV, Viçosa - MG. CEP 36570-000.

A deterioração da manteiga pode ser de origem microbiana ou não microbiana. Esta última ocorre devido à oxidação da gordura do leite, que pode ocorrer por mecanismos fotooxidativos ou catalisadas por íons metálicos. Essa gordura é quase que totalmente constituída de triglicérides formados por ácidos graxos saturados de cadeia curta que são susceptíveis à oxidação e altera diversas propriedades como: qualidade, sabor, aroma, textura, cor, sabor nutricional e funcionalidade (Araújo, 2004).

A fosfatase alcalina (ALP) é uma enzima natural do leite que pode ser inativada pelas temperaturas de pasteurização, assim, a avaliação da atividade residual desta pode ser utilizada na indústria de laticínios para verificar a eficiência do tratamento térmico aplicado ao creme (Silva, 2006). A resistência térmica da enzima é pouco superior à dos microrganismos patogênicos termorresistentes conhecidos, como da *Coxiella burnetti* (Silva, 2006). O tratamento térmico ineficiente pode resultar em produtos contaminados que podem colocar em risco a saúde do consumidor e causar prejuízos econômicos pela deterioração.

No Brasil, não há uma especificação legal quanto à atividade de fosfatase para avaliação da qualidade de manteiga, como ocorre nos Estados Unidos e em países da Europa (Silva, 2006). Neste estudo, utilizou-se o método rápido de *Scharer* modificado, para avaliar a eficiência do processo de pasteurização do creme para a fabricação de manteiga, que é obrigatório, de acordo com o regulamento técnico de identidade e qualidade de produtos lácteos (Silva, 2006; Brasil, 2006b). O método rápido de *Scharer* modificado é um teste colorimétrico clássico para determinação da fosfatase alcalina, em que o substrato empregado, sob ação da enzima, libera fenol, o qual reage com o reagente 2,6-dicloro-quinona 4-cloroimida com formação de indofenol, composto de coloração azul. A intensidade da coloração é diretamente proporcional à atividade enzimática (Silva, 2006b).

Os objetivos deste trabalho foram avaliar a qualidade físico-química de marcas de manteiga comercializadas no município de Viçosa diante dos padrões do Ministério da Agricultura e avaliar a atividade de fosfatase alcalina.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

### 2.1 Amostragem

As amostras foram coletadas entre agosto e novembro de 2007 em pontos de comercialização município de Viçosa MG, todas inspecionadas pelo Serviço de Inspeção Federal ou pelo Serviço de Inspeção Municipal, estando dentro do prazo de validade. As análises foram realizadas no Laboratório de Análise de Leite, Departamento de

Ciência e Tecnologia de Alimentos da Universidade Federal de Viçosa, MG.

Foram coletadas 250g de três amostras de manteiga, de cada um dos diferentes lotes, de cada uma das dez marcas selecionadas, no total de 30 amostras. As três amostras de cada marca foram obtidas no mesmo ponto de venda, e nove delas foram do tipo "comum com sal" e apenas uma foi do tipo "extra com sal". As marcas foram codificadas com as letras A, B, C, D, E, F, G, H, I e J, tomaram-se nota das datas de fabricação e validade e as mesmas foram armazenadas a 5 °C para serem utilizadas segundo preparo de amostra de cada método.

### 2.2 Análises físico-químicas realizadas

As análises foram realizadas em um período de até 24 horas após a chegada das amostras no laboratório. As amostras foram submetidas às análises físico-químicas segundo as metodologias recomendadas pela Instrução Normativa 68 do MAPA (Brasil, 2006b), exigidas pela Portaria nº 146 de 07 de março de 1996 do MAPA (Brasil, 1996c). Foram realizadas análises quantitativas de umidade, matéria gorda, extrato seco desengordurado, acidez na gordura, índice de peróxido e teor de cloreto de sódio e análise quantitativa de fosfatase alcalina pelo método rápido de *Sharer* modificado, para indicar a atividade enzimática da fosfatase alcalina (Silva, 2006).

## 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os parâmetros mínimos de qualidade para a manteiga são estabelecidos pelo MAPA (Brasil, 1996c) (Tabela 1). No Brasil ainda não existe um limite estabelecido por legislação para atividade enzimática residual da fosfatase alcalina em manteiga. Entretanto, como é obrigatório o uso de creme pasteurizado como matéria-prima para sua produção, a manteiga não deve apresentar atividade enzimática da fosfatase alcalina (Silva, 2006).

O percentual de umidade variou de 11,51% a 23,97% (m/m) entre as dez marcas avaliadas, sendo que 46,66% das amostras (Figura 2) estavam em desacordo com o padrão quanto a este requisito (Tabela 2). As marcas codificadas como A, E e J apresentaram todas as três amostras indicativas de lote com valores acima do padrão estabelecido pela legislação, que podem indicar continuidade de práticas ilegais do fabricante para aumentar a margem de lucro pelo excesso de água. A marca D apresentou apenas uma amostra indicativa de lote em desacordo e as marcas B e H apresentaram duas amostras indicativas de lote com valores acima do padrão permitido. As variações observadas no percentual de umidade de amostras da marca H indicaram falta de padronização dos procedimentos de fabricação das manteigas. As três amostras indicativas de lote das marcas C, F, G e

I apresentaram percentual de umidade em conformidade com o limite estabelecido pela legislação. Por outro lado, as amostras de manteiga das marcas C e F apresentaram perda de rendimento no processo de fabricação de 23,7 e 22,8 %, respectivamente, ao considerar que essas marcas apresentaram um valor médio de umidade muito abaixo do permitido pela legislação, a adequação do processo e a padronização do produto podem trazer benefícios econômicos à empresa.

O percentual de matéria gorda de todas as amostras variou de 68,36 a 85,85 % (m/m). Trinta e sete por cento das amostras (Figura 2) estavam em desacordo com o padrão vigente (Tabela 2). Todas as três amostras indicativas de lote das marcas A, B e J apresentaram-se em desacordo com a legislação quanto ao teor de matéria gorda, ou seja, valores abaixo do limite mínimo estabelecido. Dentre as três amostras de manteiga das marcas E e G duas estavam em desacordo com o padrão quanto a este requisito. Apenas uma amostra da manteiga da marca G estava em desacordo. As demais marcas, C, D, F e I, não apresentaram nenhuma amostra indicativa de lote irregular quanto ao percentual de matéria gorda. Esta variação na concentração de matéria gorda pode ter ocorrido devido à falta de padronização de procedimentos operacionais, ou ainda em função da falta de controles da composição durante o processamento.

O percentual de amostras em desacordo com o padrão para extrato seco desengordurado foi de 73,33% das amostras de manteigas analisadas (Figura 2) e os resultados variaram entre 0,56 e 6,25 % m/m (Tabela 2). O valor máximo estabelecido é de 2% (m/m) para manteiga comum e extra (Tabela 1). Nove marcas analisadas apresentaram pelo menos uma amostra indicativa de lote em desacordo com o padrão, ou seja, acima do padrão estabelecido pela legislação. As três amostras indicativas de lote das marcas C, E, G, I e J estavam em desacordo, às marcas B, F, e H apresentaram duas amostras indicativas de lote em desacordo e a marca D apresentou uma amostra indicativa de lote em desacordo com o MAPA.

Quanto ao índice de acidez, 13,33 % das amostras apresentaram valores superiores ao padrão (Tabela 1). O valor mínimo e máximo constatados, entre as dez marcas de manteiga analisadas, foi de 0,94 e 4,11, expressos em milimoles de ácido láctico por 100g de matéria gorda. Dentre as três amostras indicativas de lotes referentes à marca I, apenas uma amostra indicativa de lote apresentou-se em desacordo (Tabela 2). O grau de acidez da manteiga está associado a procedimentos adotados durante a fabricação tais como a lavagem do creme, a quantidade de sal adicionada, a eficiência de pasteurização do creme, se ocorre ou não fermentação do creme e da temperatura de maturação

(Guthrie, 1923). Esse índice pode indicar também a atividade enzimática de bactérias produtoras de lipases, enzimas indesejáveis ao creme, responsáveis por modificações sensoriais e que podem reduzir a qualidade do produto e a vida de prateleira.

Os valores mínimos e máximos constatados para o índice de peróxido, expressos em miliequivalente de peróxido por quilograma de matéria gorda, das amostras de manteiga variaram entre 0,16 e 5,89 (Tabela 2). Os resultados demonstraram que 50% das amostras das dez marcas estavam em desacordo com o padrão (Tabela 1 e Figura 2). As manteigas das marcas A, B, C, G, H e I apresentaram pelo menos uma amostra indicativa de lote com valor acima do limite estabelecido pela legislação. As marcas A, B, C e H apresentaram as três amostras indicativas de lote em desacordo com a legislação a marca I e a marca G apresentaram duas e uma amostras indicativas de lote em desacordo com o padrão. Valores de índice de peróxido acima do limite indicam a possibilidade de ocorrência de alterações sensoriais decorrentes do processo de oxidação de ácidos graxos insaturados, o que provoca perda da qualidade sensorial em decorrência do surgimento de *off flavor*, com consequente redução da vida de prateleira do produto e perdas econômicas para a indústria (Araújo, 2004; Hunziker, 1927).

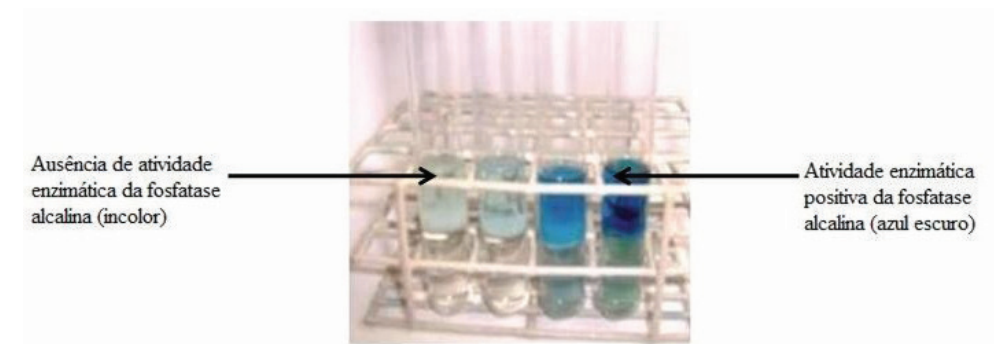
O valor máximo estabelecido de cloreto de sódio (NaCl) por 100g de manteiga é de 3g (Tabela 1). Nenhuma amostra indicativa de lote das nove marcas de manteiga comum analisadas estava em desacordo para esse requisito (Tabela 2). Para manteiga extra, o percentual máximo de NaCl é de 2% m/m (Tabela 1). Uma amostra indicativa de lote da manteiga do tipo extra estava em desacordo pois apresentou 2,88% de NaCl. Os valores verificados para a manteiga comum variaram de 0,45% a 1,98% e os valores para manteiga extra, variaram de 1,21% a 2,88%, o percentual de amostras em desacordo foi de 3,33% (Tabela 2).

A atividade residual da fosfatase alcalina apresentou-se acima do padrão em 50% das amostras pelo método rápido de Scherer modificado. Todas as três amostras de manteiga das marcas G e J apresentaram atividade enzimática positiva. A marca E apresentou atividade enzimática em duas amostras indicativas de lote, enquanto que as amostras das marcas B e C apresentaram atividade enzimática em apenas uma amostra indicativa de lote. A presença de atividade residual de fosfatase alcalina indica a ocorrência de falhas no tratamento térmico do creme, contaminação cruzada por creme cru ou uso de creme cru. A presença de atividade enzimática residual de fosfatase alcalina em manteiga e outros produtos lácteos é preocupante, pois indica risco de presença de patógenos e ou toxinas microbianas associados a casos e surtos de infecção e intoxicação e danos à saúde do consumidor e de microrganismos

deterioradores. Entre junho de 1998 e abril de 1999 houve na Finlândia, um surto causado por *Listeria monocytogenes* presente em manteiga que causou a morte de seis pessoas entre as 25 hospitalizadas (Robinson, 2002). A manteiga era fabricada a partir de creme pasteurizado a 90°C por 30 segundos, em processo contínuo. A eficiência do processo era avaliada somente pelo registro de temperatura e pela

análise de atividade da peroxidase no creme pasteurizado e no leiteiro.

O resultado geral das análises realizadas para avaliar a qualidade da manteiga está apresentado na Tabela 3, os quadros assinalados indicam não conformidade com a legislação brasileira. Nenhuma marca de manteiga atendeu todos os requisitos físico-químicos de qualidade.

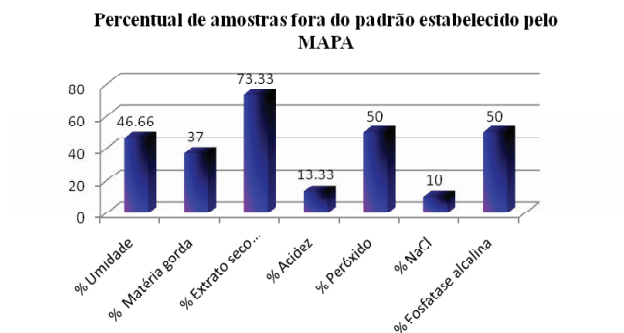


**Figura 1** – Análise colorimétrica da atividade da fosfatase alcalina de amostras de manteiga.

**Tabela 1** – Padrões estabelecidos pelo Ministério da Agricultura para avaliação da qualidade físico-química manteiga do tipo “comum” e “extra” (Brasil, 1996c).

Requisitos físico-químicos	Métodos	Manteiga comum	Manteiga extra
Matéria gorda (% m/m)	FIL 80: 1977	Mínimo 80	Mínimo 82*
Umidade (%m/m)	FIL 80: 1977	Máximo 16	Máximo 16
Extrato seco desengordurado (%m/m)	FIL 80: 1977	Máximo 2	Máximo 2
Acidez na gordura (milimoles/100 g de matéria gorda)	FIL 6B: 1989	Máximo 3	Máximo 2
Índice de peróxido (mEq de peróxido/100 kg de matéria gorda)	AOAC 15th Ed. 965.33 <sup>1</sup>	Máximo 1	Máximo 1
Cloreto de sódio (g/100g)	Portaria 68/2006	Máximo 3	Máximo 2

\* No caso de manteiga salgada a percentagem de matéria gorda não poderá ser inferior a 80%.



**Figura 2** – Percentual de amostras em desacordo com os padrões estabelecidos pelo MAPA.

**Tabela 2**– Avaliação da qualidade físico-química de diferentes marcas de manteiga comum (e extra) comercializadas no município de Viçosa - MG

Análises físico-químicas	Lote	Marcas									
		A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
Umidade (% m/m)	L1	17,91	15,53	11,59	16,20	16,46	12,38	14,64	17,87	15,37	23,97
	L2	17,77	17,75	12,90	15,42	16,06	11,51	13,80	14,69	15,23	21,58
	L3	20,54	20,55	12,29	14,91	19,10	13,17	14,40	16,74	15,94	20,83
Matéria gorda (% m/m)	L1	78,59	77,12	82,77	82,62	80,35	85,85	80,72	78,90	80,00	68,36
	L2	78,42	78,06	80,84	84,52	79,39	85,76	83,71	84,79	80,83	75,54
	L3	76,49	77,41	82,33	81,47	73,18	83,84	81,49	80,10	80,87	75,28
Extrato seco desengordurado	L1	1,30	2,53	5,64	1,18	3,19	1,74	4,64	3,27	4,63	3,76
	L2	1,23	1,19	6,25	0,90	4,56	2,79	2,50	0,56	3,94	2,88
	L3	1,18	2,04	5,37	3,62	3,72	2,93	4,11	3,19	3,19	3,89
Índice de acidez	L1	4,11	1,40	1,38	2,82	2,33	2,10	1,35	2,51	3,08	1,98
	L2	3,68	1,60	2,40	2,35	2,30	2,00	0,94	2,89	2,69	2,11
	L3	3,55	1,92	2,41	2,51	2,97	2,09	1,62	2,41	2,20	2,13
Índice de peróxido	L1	1,93	5,89	1,67	0,71	0,80	0,47	1,23	1,65	0,60	0,37
	L2	3,71	3,08	1,47	0,33	0,71	0,48	0,16	1,44	1,38	0,88
	L3	3,10	2,86	1,90	0,57	0,76	0,33	0,83	1,86	1,30	0,50
NaCl (% m/m)	L1	1,75	1,01	1,55	1,03	1,98	1,89	2,88	1,38	1,25	0,92
	L2	1,54	0,80	1,08	1,44	1,71	1,59	1,96	1,32	1,50	0,92
	L3	1,56	0,45	1,14	1,47	1,17	1,43	1,21	1,77	0,54	0,82

**Tabela 3** – Avaliação geral da qualidade da manteiga por marcas analisadas.

	Marcas									
	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J
Umidade	X	X		X	X			X		X
Matéria gorda	X	X			X			X		X
ESD*		X	X	X	X	X	X	X	X	X
Acidez	X								X	
Peróxido	X	X	X				X	X	X	
% NaCl							X			
Fosfatase		X	X		X		X			X

ESD\* – Extrato Seco Desengordurado

X – apresenta pelo menos uma amostra indicativa de lote em desacordo com os padrões estabelecidos pelo MAPA.

#### 4 CONCLUSÕES

A presença de pelo menos uma amostra em cada lote das marcas de manteiga avaliadas reforçou a necessidade de padronização do processo de fabricação de forma que o produto seja enquadrado nos padrões estabelecidos pela legislação e o consumidor tenha acesso a produtos de qualidade. A presença de atividade residual da fosfatase alcalina acima do padrão internacional em cinquenta por cento das amostras indicou a necessidade de monitoramento do binômio tempo/temperatura empregado para a pasteurização do creme e do processo, com o objetivo de prevenir contaminações cruzadas.

#### ABSTRACT

It was evaluated the physical and chemical characteristics and activity of alkaline phosphatase in butter in Viçosa – MG. The samples were collected and evaluated between August and November, 2007. The samples were indicative of three lots of ten brands of butter in a total of thirty samples were submitted to analysis of alkaline phosphatase by the modified of Share's method and the physical-chemical tests were performed according to Ordinance 68 of Brazilian Department of Agriculture. The samples showed activity of alkaline phosphatase in 50% of the marks in at least one lot, 46,66% of samples indicative of moisture out of the lot had standard, 37% of samples showed fat out of the pattern, 73,33% of the samples showed dry extract above the ceiling set, 13,33% of the samples showed higher values of acidity, 50% of samples showed off the peroxide index pattern and only a sample indicative of a lot of the NaCl percentage of marks made above the standard established.

**Index terms:** butter, quality control, alkaline phosphatase.

#### AGRADECIMENTOS

Aos profissionais Prof. Sebastião César Cardoso Brandão e a Cláudia Lúcia de Oliveira Pinto, pesquisadora da EPAMIG - Zona da Mata, Viçosa, MG, pela orientação.

#### 5 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ARAÚJO, J.M.A., **Química de alimentos teoria e prática**. 3ª Ed?, Viçosa (MG), Editora UVF; 478p. 2004.

BRASIL. Resolução n. 4 de 28 de junho de 2000 do

Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento. Diário Oficial da União, Poder Executivo, Brasília, DF, de 05 de julho de 2000a. Seção 1, página 5. **Resolução para denominação de manteiga comum comercializada em território nacional.**

BRASIL. Instrução Normativa nº 68 de 12 de dezembro de 2006 do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Diário Oficial da União, Poder Executivo, Brasília, DF, 14 de dezembro de 2006b. Seção 1, página 8. Secretaria de Defesa Agropecuária. Departamento de Inspeção de Produtos de origem Animal. **Métodos Analíticos Oficiais Físico-Químicos para Controle de Leite e Produtos Lácteos.**

BRASIL. Portaria Nº 146 de 7 de março de 1996 do Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento. Diário Oficial da União, Poder Executivo, Brasília, DF, de 11 de março de 1996c. Seção 1, página 3977. **Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade da Manteiga.**

BEHMER, M. L. A. **Laticínios: Leite, Manteiga, Queijo, Caseína, Sorvetes e Instalações – Produção, Industrialização, Análise**. 4ª Ed. São Paulo (SP), Edições Melhoramentos, 1968.

EMBRAPA, Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária. <http://www.cnpqgl.embrapa.br/nova/informacoes/estatisticas/consumo/tabela0711.php>. Acesso em 17 de fevereiro de 2009.

GUTHIERIE, E. S. **The book of butter**. The Macmillan Company. New York; 307 p. 1923.

HUNZIKER, O. F. **The butter industry**. 2ª ed. Illinois; p. 490-546. 1927.

ROBINSON, R. K. **Dairy Microbiology Hand Book. The microbiology of milk and milk products**. 3ª edição. John and Songs Inc. New York, 2002.

SILVA, C. A. O. **Modificações do método rápido de Scharer para detecção, com alta sensibilidade, da fosfatase alcalina residual em manteiga** [Dissertação de mestrado]. Viçosa , MG: Universidade Federal de Viçosa, 2006. 74 p.

VALSECHI, O. A. **Tecnologia de Produtos Agrícolas de Origem Animal**. Universidade de São Carlos, Centro de Ciências Agrárias, Departamento de Tecnologia Agroindustrial e Socioeconomia Rural. Araras – SP. 2001.