

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA DE ALIMENTOS E AGRÍCOLA

ESTUDOS DO REQUEIJÃO DO NORTE:
COMPOSIÇÃO, QUALIDADE E COMPOR
TAMENTO DURANTE A ESTOCAGEM

CATHARINA JANSSEN ESCUDERO
ENGENHEIRA QUÍMICA

ORIENTADORA:

Dra. DÉLIA RODRIGUEZ AMAYA

Tese apresentada à Faculdade de Engenharia de Alimentos e Agríco
la da Universidade Estadual de Campinas, para obtenção do Título
de Mestre em Tecnologia de Alimentos.

Campinas - S.P. - 1979

UNICAMP
BIBLIOTECA CENTRAL

ÍNDICE

	Página
ÍNDICE DE QUADROS.....	i
ÍNDICE DE FIGURAS.....	iv
RESUMO.....	v
SUMMARY.....	vii
1. INTRODUÇÃO.....	1
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	3
2.1. Produção de Leite e Derivados no Nordeste.....	3
2.2. Requeijão do Norte.....	9
2.2.1. Definição.....	9
2.2.2. Fabricação.....	9
2.2.3. Armazenamento e Distribuição.....	16
2.2.4. Composição.....	16
2.2.5. Alteração na composição.....	18
2.2.6. Flora Microbiana.....	22
3. MATERIAL E MÉTODOS.....	25
3.1. Material.....	25
3.2. Métodos.....	26
3.2.1. Análises Químicas e Físico-Químicas.....	27
3.2.2. Análises Microbianas.....	33

	Página
3.2.3. Análise Sensorial.....	35
3.2.4. Análises Durante o Armazenamento.....	37
4. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	40
4.1. Observações Gerais.....	40
4.2. Análises Químicas.....	41
4.2.1. pH e Composição Química dos Requeijões do Norte Logo após o Processamento.....	41
4.2.2. Composição de Ácidos Graxos.....	50
4.2.3. Identificação dos Óleos Adulterantes.....	55
4.3. Mudanças Durante o Armazenamento.....	57
4.4. Análises Microbiológicas.....	62
4.5. Análise Sensorial.....	67
4.6. Análises das Matérias-Primas.....	72
5. CONCLUSÕES.....	78
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	81
APÊNDICE 1.....	90

ã Enrique, meus
pais e irmãos

AGRADECIMENTOS

À Dra. Délia Rodriguez Amaya, pela amizade e dedicada orientação durante todo o desenvolvimento deste trabalho.

Ao ITEP, Instituto Tecnológico do Estado de Pernambuco, pela oportunidade de realizar o curso de Pós-Graduação.

Ao pessoal do laboratório de Análise Sensorial desta faculdade, em particular à Dra. Maria Amélia Chaib Moraes, pelo incentivo e colaboração prestados.

Ao Dr. José Sátilo de Oliveira, pelas sugestões apresentadas.

Aos amigos Rajum Cury, Magnólia Costa Lima, Rosa e Wilson Barbosa, pelo apoio.

A todos os amigos e funcionários que colaboraram neste trabalho.

ÍNDICE DE QUADROS

	Página
1 - Produção de Leite Cru no Nordeste e no Brasil (em milhões de litros).....	4
2 - Comportamento da Produção de Queijo e de Manteiga, Segundo as Unidades Artesanais e Industriais Organizadas (Nordeste 1969-72).....	5
3 - Produtos Elaborados pelas Indústrias de Laticínios no Nordeste, 1972.....	7
4 - Estimativa da Produção de Leite e Derivados no Nordeste, 1973-80.....	8
5 - Composição Percentual do Requeijão do Norte Segundo Sanders e Peres.....	17
6 - Dados Analíticos de Vários Tipos de Queijos.....	19
7 - Composição do Queijo Minas Meia Cura, Antes e Depois da Padronização.....	20
8 - Composição Percentual do Queijo Prato, Variedade de Lanche, Segundo Sandoval e Colaboradores.....	21
9 - pH e Composição Química do Requeijão do Norte (primeira fase).....	42
10 - pH e Composição Química do Requei-	

	Página
jão do Norte (segunda fase).....	43
11 - pH e Composição Química do Requei- jão do Norte (terceira fase).....	44
12 - Dados Analíticos da Gordura (primei- ra fase).....	45
13 - Dados Analíticos da Gordura (segun- da fase).....	46
14 - Dados Analíticos da Gordura (tercei- ra fase).....	47
15 - Resumo das Variações na Composição do Requeijão do Norte nas Três fa- ses.....	49
16 - Composição de Ácidos Graxos da Man- teiga.....	51
17 - Composição de Ácidos Graxos do Re- queijão do Norte (segunda fase).....	53
18 - Composição de Ácidos Graxos do Re- queijão do Norte (terceira fase).....	54
19 - Mudanças Químicas Durante o Armaze- namento do Requeijão do Norte nas Três Fase.....	58
20 - Análises Microbiológicas do Requei- jão do Norte Logo Após o Processa-/ mento (segunda e terceira fases).....	63
21 - Análises Microbiológicas do Requei-	

jão do Norte Durante o Armazenamento (segunda e terceira fases).....	66
22 - Resultados Médios da Avaliação do Sa bor do Requeijão do Norte (segunda e terceira fases).....	68
23 - Análise de Variância da Avaliação do Sabor do Requeijão do Norte (segunda e terceira fases).....	69
24 - Composição Química do Leite Cru (se- gunda fase).....	73
25 - Análises Microbiológicas do Leite - Cru e da Manteiga (segunda fase).....	74
26 - Composição Química da Manteiga (se-/ gunda fase).....	76

ÍNDICE DE FIGURAS

	Página
1 - Fluxograma da Fabricação do Requeijão do Norte em uma Indústria Organizada.....	11
2 - Ficha do Teste de Diferença Triangular com Preferência.....	36
3 - Ficha do Teste de Preferência Escala Hedônica de 9 pontos.....	38

RESUMO

No presente trabalho, foram analisadas 15 amostras de Requeijão no Norte, coletadas durante três períodos diferentes, sendo 5 amostras por período, provenientes de diversos Estados da Região Nordeste, mais conhecidos por esse tipo de produto.

Foram determinadas a composição, a condição microbiológica e a preferência dos queijos, logo após o processamento. As modificações durante o armazenamento sob refrigeração e à temperatura ambiente, foram observadas também através das mesmas determinações.

Houve uma grande variação no pH e na composição das amostras recém-processadas, com relação à umidade, cinzas, acidez láctica, proteína total, cloreto de sódio, gordura e gordura no extrato seco. As contagens microbiológicas também foram variáveis e altas, devido aparentemente a uma recontaminação após o tratamento térmico. Foi observada através de cromatografia gasosa, a adulteração em alguns queijos, por óleos de amendoim, de babaçu ou côco, em torno de 10.0-40.0% de gordura.

Durante o armazenamento, as maiores modificações observadas foram a perda de umidade e de gordura e o aumento de ácidos graxos livres e do Índice de peróxido. A perda de gordura, o aumento de ácidos graxos livres e do índice de peróxido e a deterioração do aspecto externo dos queijos foram mais notáveis no armaze

namento à temperatura ambiente, enquanto que no armazenamento sob refrigeração, a perda de umidade foi maior.

Pela análise sensorial, os queijos feitos com manteiga foram preferidos aos queijos adulterados, e a preferência destes últimos foi dependente do tipo e da quantidade de óleo adicionados. Essas diferenças na preferência, foram intensificadas após o armazenamento.

Em alguns Requeijões do Norte, o leite e a manteiga usados no processamento foram analisados para observar a influência das matérias-primas na qualidade dos queijos. Os leites estavam em bom estado, mas as manteigas artesanais apresentaram um alto teor de ácidos graxos livres, que foi refletido nos queijos.

SUMMARY

The present study consisted of the analysis of 15 samples of - "Requeijão do Norte", collected at three different times, five samples each time, from the various Northeastern states known for this type of product.

The chemical composition, microbiological condition and preference were determined soon after processing. Alterations during storage at ambient temperature or under refrigeration were observed using the same determinations.

Pronounced variations were noted in the pH and composition of the recently processed samples, specifically with regards to water, ash, acidity, protein, salt, fat and fat in dry matter. The microbial counts were also variable and high, apparently due to recontamination after the heat treatment of the cheeses. Gas chromatographic determination of the fatty acid composition revealed that some cheeses were adulterated with peanut oil and babassu or coconut oil, added at approximately 10.0-40.0% of the fat content.

During the storage, the major changes were the loss of water and fat, as well as an increase of free fatty acids and peroxides. The decrease in fat content, the increase of free fatty acids and peroxides, and the deterioration of the external appearance were more marked during storage at ambient temperature.

The loss of moisture was greater during refrigerated storage.

The sensory evaluation showed that the cheeses made with butter were preferred to adulterated cheeses, the preference score of the latter being dependent on the type and quantity of oil added. The differences in preference became more evident after storage.

The milk and butter used for the manufacture of some samples were analyzed to observe the effect of the raw material on the quality of the cheeses. The milk samples were of good quality, but the butter produced by cottage industries presented high levels of free fatty acids and this was reflected in the cheeses.

1. INTRODUÇÃO

Nas regiões Norte e Nordeste do Brasil, é fabricado um tipo de queijo que recebe diversas denominações: Requeijão do Nordeste, Requeijão do Sertão, Queijo-Manteiga, sendo mais conhecido como Requeijão do Norte. Esse queijo de origem estritamente brasileira, é um dos produtos de laticínios de maior fabricação e consumo nessas regiões.

O Requeijão do Norte tem sido uma das opções mais usadas para aproveitamento do leite, que se decompõe rapidamente nas condições naturais desses estados brasileiros. Constitui-se em um produto nutritivo, de simples fabricação, exigindo pouco investimento em instalações e apresentando uma boa resistência às adversidades ambientais.

O Requeijão do Norte possui, porém, uma tecnologia empírica. Seu processamento ainda é artesanal, apresentando deficiências tecnológicas e condições higiênicas falhas na recepção da matéria-prima, durante as fases de fabricação, no armazenamento e na distribuição.

Devido à grande variação de qualidade entre esses queijos e a inexistência de dados científicos que permitam definir normas tecnológicas para fabricação do produto, é imprescindível um estudo que caracterize os Requeijões do Norte comercializados, através de determinações químicas e físico-químicas, avaliação

da qualidade microbiológica e sensorial e verificação do seu comportamento durante um período normal de comercialização.

Os dados desta pesquisa pretendem melhorar o conhecimento do produto, fornecendo informações básicas importantes para melhorar as condições tecnológicas e sanitárias, com a finalidade de elevar a qualidade do requeijão. O trabalho tenta dar também subsídios necessários para formulação de padrões de qualidade do Requeijão do Norte.

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1. PRODUÇÃO DE LEITE E DERIVADOS NO NORDESTE

De acordo com a tendência observada no Nordeste no período de 1960-72, a produção de leite cru evoluiu 44%, mantendo-se praticamente no mesmo nível da produção nacional, que evoluiu 46% no mesmo período (39). Segundo o Quadro 1, o incremento estimativo para o Nordeste nos últimos anos foi menor, mas a produção atual já ultrapassou a projeção, uma vez que a produção em 1976 já foi maior que a quantidade projetada para 1980. Neste mesmo ano, a produção de leite no Nordeste correspondeu a 7,2% da produção nacional.

O leite cru no Nordeste é usado para os seguintes fins: a) consumo final da população rural e grande parte da população urbana; b) matéria-prima para beneficiamento e transformação em derivados pelas indústrias de laticínios; e c) insumo para elaboração de queijo e de manteiga por unidades artesanais (67).

A indústria de laticínios no Nordeste é um setor tradicional, em cuja constituição se observa, ao lado de estabelecimentos que empregam moderna tecnologia, a sobrevivência de minúsculas unidades artesanais. Estas unidades são dotadas de grande poder de competição e em conjunto, dominam o mercado, como se observa no Quadro 2, com relação à produção de queijo e de manteiga.

Quadro 1 - Produção de Leite Cru no Nordeste e no Brasil (em milhões de litros).

Anos	Nordeste		Brasil
	Produção Projetada*	Produção Atual**	Produção Atual**
1973	888.0		
1974	913.3	939.9	7101.3
1975	938.7	1078.3	7947.4
1976	964.1	1141.7	8256.9
1977	984.4		
1978	1014.8		
1979	1040.2		
1980	1065.5		

Fonte dos dados básicos: * SUPLAN - MA (39)

** IBGE (30)

Quadro 2 - Comportamento da Produção de Queijo e de Manteiga, Segundo as Unidades Artesanais e Indústrias Organizadas

(NORDESTE - 1969-72)

Anos	Manteiga						Queijo					
	Produção Artesanais			Produção Indústrias Organizadas			Produção Artesanais			Produção Indústrias Organizadas		
	Produção Total (ton)	Nºs Absolutos (ton)	Partic. no Total (ton)	Nºs Absolutos (ton)	Partic. no Total (ton)	Produção Total (ton)	Nºs Absolutos (ton)	Partic. no Total (ton)	Nºs Absolutos (ton)	Partic. no Total (ton)	Nºs Absolutos (ton)	Partic. no Total (ton)
1969	7.853,0	7.298,5	92,9	554,5	7,1		13.243,7	99,0	134,3	1,0		
1970	8.211,0	7.461,9	90,9	749,1	9,1	12.163,0	11.900,1	97,8	262,9	2,2		
1971	7.559,0	6.846,5	90,6	712,5	9,4	10.513,0	10.321,0	98,2	192,0	1,8		
1972	5.408,0	4.463,0	82,5	945,0	17,5	8.942,0	8.593,3	96,1	348,7	3,9		

Fonte dos dados absolutos: SUFLAN-MA e Pesquisa de campo do EMB/ETENE junto às indústrias organizadas (8).

Segundo as previsões para 1980 (39), metade da produção de leite cru no Nordeste, ou seja, 533 milhões de litros de leite, deverá ser destinada às indústrias regionais para transformação em derivados. Pelo Quadro 3, observa-se a diversificação da linha de produtos das empresas nordestinas.

Segundo o Quadro 4, foram estimadas reduções na produção interna de queijo e de manteiga no período de 1973-80, devido aos decréscimos previstos na produção artesanal. Consideram-se aumentos na produção desses derivados nas indústrias organizadas, em 500 ton e 1485 ton, respectivamente, mas em escala insuficiente para compensar os decréscimos esperados nas unidades artesanais (8).

O incremento da produção de leite e derivados nas indústrias organizadas de laticínios, constitui um fato perfeitamente viável, tendo em vista o baixo grau de utilização da capacidade de produção e ampliação da linha de produtos, em pelo menos 11 das 23 empresas pesquisadas pelos técnicos da SUDENE e BNB (39). Além disso, as unidades de implantação irão aumentar cerca de 10% a capacidade instalada para leite pasteurizado, manteiga e queijo.

O estudo estatístico sobre a economia leiteira no Nordeste realizado pela SUDENE e BNB (39), mostra o crescimento da oferta de leite in natura e da demanda de produtos lácteos para 1980, demonstrando que os déficits na produção desses derivados, são devidos à falhas no sistema de industrialização. As falhas se encontram nas várias fases do processamento e da comercialização:

- a) nos sistemas de coleta, transporte e recepção do leite cru;
- b) no beneficiamento e industrialização e c) na estocagem e dis-

Quadro 3 - Produtos Elaborados pelas Indústrias de Laticínios do Nordeste.

1972

Produtos	Total	Número de Empresas Segundo os Estados					
		Maranhão e Piauí	Ceará	R. G. do Norte	Pernam- buco	Alagoas e Sergipe	Bahia
Leite pasteurizado	15	3	3	2	1	3	3
Manteiga	15	1	3	2	3	-	6
Queijo	8	-	3	-	1	-	4
Iogurte	4	-	1	-	1	1	1
Doce de leite	4	-	-	1	1	-	2
Creme de leite	3	-	1	-	-	-	2
Requeijão	4	-	1	-	2	-	1
Leite esterilizado	1	-	-	-	-	-	1
Leite em pó	2	-	-	-	1	-	1

Fonte: Pesquisa de campo (39).

Quadro 4 - Estimativa da Produção de Leite e Derivados no Nordeste.

1973-80

Anos	Produção Estimada										Leite em pó (ton)
	Leite "in natura" (milhões de l)			Manteiga (ton)			Queijo (ton)				
	Total Beneficiado	Não Benef.	Total	Indústrias Organizadas	Unidades Artesanais	Total	Indústrias Organizadas	Unidades Artesanais	Total		
1973	591,2	125,9	465,3	7.161,5	1.350,0	5.811,5	10.335,0	425,0	9.910,0	4.329,4	
1974	624,7	146,2	478,5	7.014,6	1.530,0	5.484,6	9.841,7	491,7	9.350,0	4.847,1	
1975	658,3	166,4	491,8	6.908,8	1.755,0	5.153,8	9.356,7	566,7	8.790,0	5.364,7	
1976	691,6	186,6	505,2	6.806,9	1.950,0	4.826,9	8.861,7	641,7	8.220,0	5.882,4	
1977	725,2	206,8	518,4	6.701,2	2.205,0	4.496,2	8.378,3	708,3	7.670,0	6.400,0	
1978	758,9	227,1	531,8	6.554,2	2.385,0	4.169,2	7.883,3	783,3	7.100,0	6.917,6	
1979	792,4	247,3	545,1	6.448,5	2.610,0	3.838,5	7.398,3	858,3	6.540,0	7.435,3	
1980	825,8	267,5	558,3	6.346,5	2.835,0	3.511,5	6.924,0	925,0	5.999,0	7.952,9	

Fonte: dos dados básicos: SUPLAN-MA e Pesquisa de campo: ENS e SUDENE (a).

tribuição dos produtos derivados. Estas falhas têm constituído um dos principais obstáculos ao desenvolvimento do setor de laticínios no Nordeste.

2.2. REQUEIJÃO DO NORTE

2.2.1. DEFINIÇÃO

O Requeijão do Norte é obtido de leite cru integral ou desnatado, sendo normalmente usado leite desnatado, sem adição de fermento láctico nem coalho. A coagulação do leite é espontânea e intensa, devido à alta temperatura ambiente. É um queijo de massa filada e que exige uma agitação vigorosa da massa (57). Sua gordura é proveniente da manteiga derretida, que é adicionada à massa na etapa final de fabricação (6). O Requeijão do Norte é de consumo imediato, não necessitando do período de cura. Apesar da denominação comumente usada ser Requeijão do Norte, esse produto é mais divulgado na região Nordeste.

Segundo o RIISPOA (63), o Requeijão do Norte apresenta coloração amarelo-palha, consistência semi-dura de untura tendente a seco, semi-quebradiça, textura fechada ou com pequenos buracos mecânicos e sabor tendente ao adocicado, não picante.

2.2.2. FABRICAÇÃO

Apesar de ser um queijo bastante consumido no Norte e Nordeste (54, 59), os trabalhos científicos sobre o processamento do Requeijão do Norte são escassos. Os existentes são antigos e apenas se referem à existência do produto ou fornecem descrições -

de um processamento artesanal (6, 11, 57, 60, 61, 64)

Sua fabricação pode ser considerada como um aproveitamento do leite desnatado, cujo creme é usado na industrialização da manteiga, e também do leite ácido rejeitado na fabricação de outros tipos de queijos (6).

Os equipamentos existentes nas indústrias de laticínios no Nordeste são relativamente novos e apresentam bom índice de produtividade, apesar de terem sido constatados problemas operacionais na maioria das indústrias investigadas (39). Foram observados alguns casos, em que a distribuição dos equipamentos instalados não se adequavam às diversas operações realizadas, resultando em estrangulamentos na linha de produção.

A seguir é apresentada uma descrição do processo de fabricação em uma indústria organizada, bem como seu fluxograma (Figura 1).

Matéria-prima

O leite utilizado na fabricação do requeijão apresenta uma grande variação de acidez (6), e segundo informações do fabricante, é aceito até 30^oD. Na recepção do leite são determinados acidez láctica, densidade, gordura, extrato seco total e desengordurado. Após as análises, o leite é despejado em tanque de recepção, passando por um coador de malha fina de aço inox, para retirar as partículas maiores como pedaços de insetos, de madeira, etc.

Desnatamento

O leite é desnatado mecanicamente através de desnatadeiras (13).

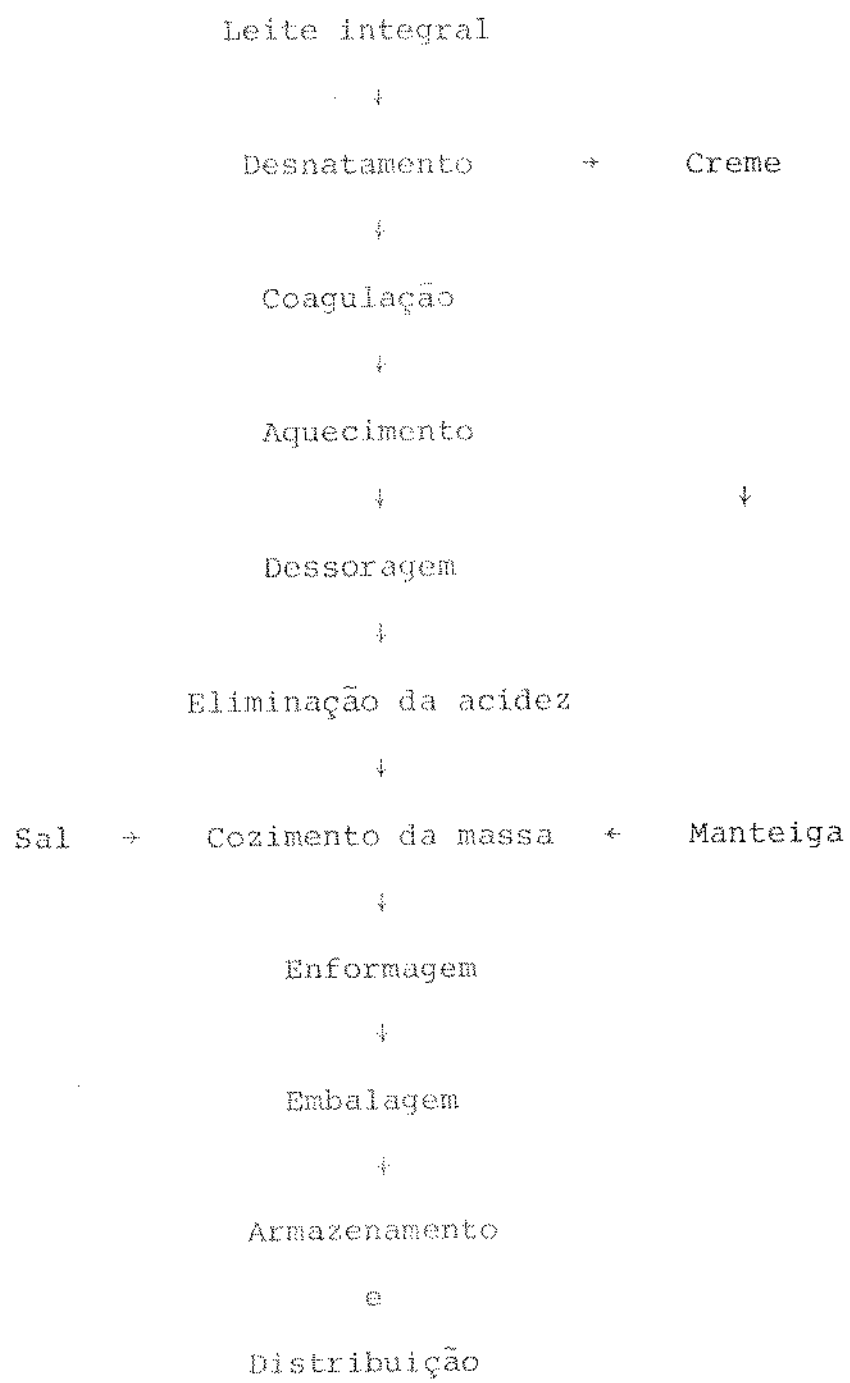


Figura 1 - Fluxograma da Fabricação do Requeijão do Norte em uma Indústria Organizada.

Coagulação

O leite desnatado é recebido em tanques de aço inox, onde fica em repouso para coagular espontaneamente durante 18 a 20 hs (62). A boa coalhada é a que se apresenta gelatinosa, homogênea, sem bolhas, sem o mínimo sinal de estufamento e sem dessora (57).

Aquecimento

A massa coagulada é transportada a um tanque de aço inox de fundo duplo, com circulação de vapor. O aquecimento geralmente é feito acima de 60°C, podendo chegar até 80°C, com agitação de uma pá de aço inox, favorecendo a liberação do soro. Após aproximadamente 20 minutos de aquecimento e agitação, a massa já está formada com grãos uniformes (58).

Dessoragem

A massa é deixada em repouso para decantar e é separada do soro. A seguir é colocada em sacos de algodão e prensada manualmente até dessoragem completa (62). A massa dessorada é levada novamente ao tanque e esfarelada a mão (11).

Eliminação da acidez

O excesso de acidez é eliminado, lavando a massa com o dobro do seu volume de leite desnatado ou integral (6, 57), sendo que algumas indústrias utilizam água na primeira lavagem da massa (62, 68). Em seguida, a temperatura é elevada a 80°C com agitação contínua. O leite coagula e a nova coalhada produzida é incorporada à antiga, aumentando seu volume. Ao fim de pouco tempo, pelo calor, acidez e agitação, a massa começa a "ligar" (57). Após 10 minutos de agitação, a massa é retirada e compri-

mida manualmente em sacos de algodão para dessoragem.

A operação é repetida com igual volume de leite desnatado ou integral, até que o leite adicionado não coagule mais em consequência da acidez da massa. A massa nesse ponto deve estar com boa liga, sendo a acidez do soro cerca de 20-25^oD (68). Geralmente, duas lavagens são suficientes para eliminar o excesso de acidez (54).

Quando a acidez é considerada normal, a massa é transportada ao tanque, onde é mexida intensamente para permitir a "filagem" (62). Quanto mais prolongado este trabalho, mais macia fica a coalhada. Esta operação deve durar de 20 a 25 minutos, quando se verifica que a massa não gruda mais na pá.

Cozimento da massa

O sal é distribuído na massa, a seco ou diluído com água, na proporção de 1,0 a 3,0% (6, 13, 57). A massa é mantida sob constante agitação para distribuição do sal e aquecida até 85-90^oC. São aumentadas gradualmente a intensidade e as direções dos movimentos da massa, visando torná-la mais macia e uniforme. Esta operação, que dura 12 a 15 minutos, é denominada "sovagem" (57).

Já no final da sovagem, é adicionada manteiga derretida na proporção de 150 a 200 g por quilo de massa (54). Mantendo-se o calor e a agitação constantes, a gordura vai sendo absorvida aos poucos pela massa. O fim da operação, que dura 15 a 20 minutos, é atingido quando a massa fica mais macia, brilhante, homogênea, elástica e capaz de formar fios compridos (58).

Enformagem

A massa ainda quente é despejada em fôrmas de madeira em forma de paralelepípedo, de tamanho variável de 1,0 a 1,5 kg, revestidas de papel impermeável e untadas com manteiga. Depois de esfriar, o queijo é retirado para embalagem (62).

Embalagem

O papel impermeável que envolve os requeijões, pode ser tratado por substâncias anti-mofo aprovadas pela RIISPOA (63). Algumas indústrias utilizam o Processo Cryovac.

Rendimento

Segundo informações obtidas junto às próprias indústrias e unidades artesanais, o rendimento médio é de 10 litros de leite cru por kg de requeijão.

As etapas de fabricação nas unidades artesanais são similares às das indústrias organizadas. As diferenças existentes são basicamente nos equipamentos, nas condições higiênicas, no controle de qualidade e em alguns aspectos tecnológicos. Estes fatores estão relacionados e em conjunto, contribuem para que uma grande parcela de produção nas unidades artesanais apresente uma maior incidência de defeitos (39).

Normalmente as unidades artesanais não efetuam o desnatamento mecânico. A separação de gordura ocorre por sedimentação, deixando o leite em repouso por várias horas e a nata é separada. Com o desnatamento natural, muita gordura é perdida (54). São usados vasilhames diversos, como latões de querosene para coagu

lação do leite e para fabricação de manteiga (60). O cozimento é realizado em tachos com aquecimento direto a lenha ou a carvão e são usadas pás de madeira para agitação (57). As fôrmas não são padronizadas, podendo ser também cilíndricas e os tamanhos geralmente são bem maiores, ao redor de cinco quilos. Os tipos de embalagem também variam bastante.

Nas unidades artesanais foi registrada a coleta de água diretamente de rios, açudes ou poços e a inexistência de tratamento físico-químico e bacteriológico (39). Essa água é usada para lavagem da manteiga, diluição do sal, lavagem dos panos de dessoragem e das fôrmas e utensílios usados na fabricação, podendo ser assim, uma grande fonte de contaminação. O pessoal trabalha inadvertidamente uniformizado e desconhecendo regras básicas de higiene. Ribeiro (57), observou que as unidades artesanais aproveitam o soro para engordar suínos, os quais são mantidos bem próximos às unidades de fabricação de queijo, contribuindo para uma maior contaminação.

Segundo Lima et al (39), das seis unidades artesanais visitadas, nenhuma possuía controle de qualidade.

As quantidades de manteiga e sal adicionadas aos requeijões não são controladas devidamente, acarretando assim prejuízos financeiros e grandes variações na qualidade e no rendimento. Peres (54) observou, que em algumas unidades artesanais costuma-se juntar coalhada de alguns dias, para depois fabricar o requeijão. A massa se conserva bem devido à alta acidez adquirida.

2.2.3. ARMAZENAMENTO E DISTRIBUIÇÃO

O Requeijão do Norte pode ser consumido algumas horas após o processamento. Os requeijões industrializados são distribuídos nos supermercados. Segundo os fabricantes das unidades artesanais visitadas, uma pequena parte da produção é vendida na própria unidade e na região de fabricação. A maior parte é distribuída para os grandes centros e comercializada nos supermercados, mercados e feiras livres. Nos supermercados, os queijos são conservados sob refrigeração, e nos demais locais, estes são apresentados ao consumidor à temperatura ambiente. O tempo de comercialização do Requeijão do Norte, à temperatura ambiente, é de aproximadamente 15 dias.

Não existem trabalhos referentes à conservação do Requeijão do Norte durante o armazenamento e distribuição.

2.2.4. COMPOSIÇÃO

Ainda não existem padrões tecnológicos para uniformizar a fabricação do Requeijão do Norte. A legislação brasileira apresenta suas características quanto ao formato, peso, crosta, consistência, textura, cor e odor, mas não fixa a composição (63).

Existem somente dois trabalhos anteriores sobre a composição do Requeijão do Norte (54,64). Os estudos são incompletos, e apenas um mostra a amplitude dos valores, como se observa no Quadro 5. Esses artigos não apresentam a padronização da amostragem, o número de amostras coletadas, nem a metodologia usada.

Quadro 5 - Composição Percentual do Requeijão do Norte segundo Sanders (64) e Peres (54).

Componentes	Segundo Sanders (64)	Segundo Peres (54)
Umidade	55,0-70,0	
Gordura	8,0-20,0	29,0
Proteína Total	16,0-20,5	28,0
Cloreto de Sódio	2,0-2,5	

Na falta de informação adequada sobre o Requeijão do Norte, é a apresentada no Quadro 6, a variação na composição de diversos queijos estrangeiros, servindo de base para comparação (74). Os queijos processados são os que mais se aproximam do Requeijão do Norte devido ao cozimento da massa, apesar de apresentarem características diferentes.

Existem poucos estudos de padronização de queijos brasileiros e os mais estudados são apresentados nos Quadros 7 e 8. Leite (38), encontrou nos dados de composição do queijo Minas Meia Cura, variações notáveis, como se observa no Quadro 7, especialmente antes da padronização.

Mesmo entre partidas elaboradas nas mesmas condições experimentais, podem ser encontradas grandes variações, como é mostrado no Quadro 8, organizado por Pereira (53), no seu trabalho sobre padronização do queijo Prato.

2.2.5. ALTERAÇÃO NA COMPOSIÇÃO

A adição de gorduras de origem animal ou vegetal diretamente nos requeijões ou na manteiga usada na fabricação dos queijos, é permitida em proporções aprovadas pelo RIISPOA (63). A natureza e a porcentagem de gordura estranha adicionada devem ser indicadas no rótulo e o produto recebe uma classificação de segunda qualidade.

Ribeiro (57), encontrou durante visitas à unidades artesanais, o emprêgo descontrolado de óleo de algodão bruto ou refinado no

Quadro 6 - Dados Analíticos de Vários Tipos de Queijos (74).

	Água	Gordura	Gordura no extrato seco	Proteína
<u>Queijos Duros</u>	%	%	%	%
Cheddar	33,4	33,1	49,7	27,4
Cheshire	36,0	31,4	49,1	26,9
Gruyere	31,0	33,5	48,6	29,9
<u>Queijos Processados</u>				
Kraft Cheddar	39,9	29,6	49,3	22,3
Kraft De Luxe Cheddar	40,3	29,8	49,9	22,9
Kraft De Luxe Cheshire	39,9	29,1	48,4	23,1
Waveney Cheddar	41,5	28,1	48,0	22,5
Libby's Rindless	42,7	28,1	49,0	21,7
Chalet Petit-Gruyère	42,2	27,0	46,7	25,4
Swiss Castle Gruyère	42,4	24,3	42,2	25,4
Swiss Knight Gruyère	42,2	26,9	46,5	22,4
Tiger Gruyère	43,2	25,4	44,7	23,1

Quadro 7 - Composição do Queijo Minas Meia Cura, antes e depois da Padronização. (38)

Amostras	Umidade (%)	Gordura (%)	Sal (%)	pH
<u>Antes da Padronização</u>				
1	45,20	28,00	2,52	5,30
2	42,40	27,00	2,20	5,20
3	41,00	27,50	2,10	5,30
4	43,50	26,00	2,10	5,40
5	44,01	27,50	2,40	5,30
6	47,00	27,00	2,35	5,30
7	40,06	27,50	2,24	5,40
Média	43,39	27,21	2,25	5,31
<u>Depois da Padronização</u>				
1	42,43	28,00	1,62	5,35
2	42,10	29,00	1,57	5,40
3	43,42	27,50	1,55	5,40
4	42,36	27,50	1,70	5,30
5	43,60	28,00	1,60	5,40
Média	42,78	28,00	1,61	5,37

Quadro 8 - Composição Percentual do Queijo Tipo Prato, Variedade de Lanche, segundo Sandoval e Colaboradores (65).

Componentes	Data das Amostras					
	09/6	24/6	08/7	02/7	16/7	30/7
Umidade	40,2	37,5	28,9	34,9	30,4	27,5
Gordura	38,7	49,5	33,3	39,9	39,6	31,4
Cloreto de Sódio	1,0	2,1	1,5	3,3	3,3	1,9
Resíduo Mineral	3,3	3,5	3,4	2,9	4,2	4,8

Requeijão do Norte, diretamente ou misturado com manteiga. Algumas vezes, a alteração é feita durante a fabricação de manteiga usada no queijo: ao creme batido são adicionados sebo bovino, óleos vegetais, corante e essência (60). Foi também encontrada a adição de vaselina (61).

Não existem estudos sobre as alterações no sabor do Requeijão do Norte pela adição de gordura estranha, e nem sobre a influência dessa adulteração na conservação do produto. Ribeiro (57), apenas comenta que a substituição da manteiga por óleos vegetais, é um dos motivos que mais contribui para o paladar inferior apresentado por uma parte dos Requeijões do Norte.

2.2.6 FLORA MICROBIANA

Não existem trabalhos sobre a flora microbiana do Requeijão do Norte. Entretanto, é possível correlacionar sua flora com a de queijos processados ou fundidos, tendo em vista o tratamento térmico final na faixa de 85-90°C (34, 36,72). Assim sendo, serão apresentadas a seguir, informações sobre a flora microbiana de queijos processados.

Microrganismos Termorresistentes

Poucas bactérias além das formadoras de esporos sobrevivem à temperatura usada no processamento. Em condições normais de acidez e concentração salina, tais microrganismos não encontram condições favoráveis para crescimento (18). Entretanto, na prática tem sido verificado em certas condições acidentais, a presença de crescimento de esporulados aeróbios, tais como *Bacillus*

subtilis e *B. mesentericus* e de anaeróbios, como espécies de *Clostridium* (36). Em função da anaerobiose interna do queijo, tem sido mais envolvido o gênero *Clostridium* responsável pelo estufamento tardio, que surge em geral em torno de 10 dias até dois meses após o processamento (14, 31). A espécie *C. sporogenes* é a mais citada como causadora de problemas em queijos processados, pela produção de gás e putrefação (27). Para minimizar a ocorrência de *Clostridium*, o pH do queijo processado deve estar abaixo de 5,8 e o teor de cloreto de sódio entre 2,5 e 3,5% (34).

Microorganismos Recontaminantes

Normalmente, fungos, leveduras e coliformes são destruídos durante o cozimento (1). Entretanto, podem recontaminar os queijos processados facilmente, quando as condições higiênicas são falhas, durante o manuseio na fase final do processamento e na estocagem (15), dando origem a um crescimento de flora na parte externa, resultando em defeitos de crosta, coloração, sabor e odor.

Os organismos capazes de uma rápida proliferação na superfície do queijo, principalmente quando há oxigênio disponível, são as leveduras formadoras de película dos gêneros *Torula* e *Candida* e determinados mofo dos gêneros *Penicillium*, *Cladosporium*, *Alternaria*, *Monilia*, *Mucor*, *Aspergillus* e *Geotrichum* (18). Há também a possibilidade da ocorrência de bactérias proteolíticas associadas com fungos e leveduras, intensificando os problemas de crosta, como descolorações (68) e o aparecimento de manchas coloridas (33, 56), e produzindo sabores e aromas desagradáveis -

(19). As leveduras do gênero *Torula* associadas com o *Brevibacterium linens*, formam colônias amarelas e vermelhas (21). O amargor dos queijos se deve às bactérias proteolíticas, especialmente *Streptococcus liquefaciens* (1). A ação da lipase sobre a gordura dos queijos, produz ácidos graxos livres, resultando em sabor rançoso, principalmente na presença de ácidos graxos - de cadeia curta (18).

A contaminação pode ser minimizada, controlando as condições higiênicas e evitando o crescimento dos microrganismos, protegendo a superfície dos queijos com materiais impermeabilizantes - que excluam o oxigênio, como películas plásticas e parafinas. Podem ser também usadas, substâncias antifúngicas (72).

3. MATERIAL E MÉTODOS

3.1. MATERIAL

Foram analisadas quinze amostras de Requeijão do Norte, em três fases diferentes, sendo cinco amostras em cada fase, durante os meses de fevereiro, abril e junho de 1979. Uma amostra industrializada foi incluída em cada fase como padrão, devido à inexistência de normas brasileiras relativas a este tipo de queijo. Os demais requeijões eram de fabricação artesanal.

A coleta foi realizada em diferentes estados do Nordeste e foram escolhidas algumas das cidades mais conhecidas pela fabricação de Requeijão do Norte como: Seridó (Rio Grande do Norte), Sannharó e Belo Jardim (Pernambuco), Jacaré dos Homens e Monteirópolis (Alagoas). As unidades artesanais e indústrias selecionadas foram visitadas e foram observados os processamentos.

A designação usada para os cinco requeijões em cada fase, foi repetida durante as três fases, por serem provenientes das mesmas empresas:

- Requeijão I - industrializado, fabricado com manteiga (Sannharó)
- Requeijão II - artesanal com possível alteração de gordura (Jacaré dos Homens)
- Requeijão III - artesanal com possível alteração de gordura (Monteirópolis)

Requeijão IV - artesanal fabricado com manteiga (Belo Jardim)

Requeijão V - artesanal fabricado possivelmente com manteiga (Seridó).

Nas primeira e terceira fases, os queijos foram coletados no comércio da cidade de Recife (PE) e haviam sido processados no dia anterior, com exceção da amostra IV que foi adquirida diretamente na unidade de fabricação. Na segunda fase, os requeijões foram coletados recém-processados nas respectivas unidades de fabricação.

Em todas as fases, os Requeijões do Norte foram enviados por avião para a Universidade Estadual de Campinas no mesmo dia da coleta, e analisados imediatamente. Na segunda fase, os leites usados na fabricação dos queijos I e IV foram analisados no local da coleta, e as manteigas usadas nos processamentos dos queijos I, II e IV, coletados nos respectivos locais de fabricação, também foram enviadas por avião.

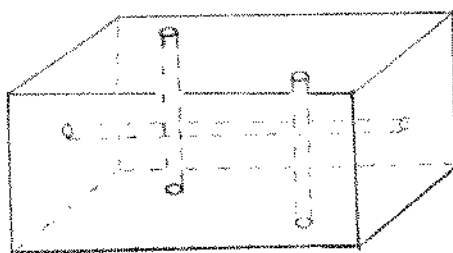
3.2. MÉTODOS

Logo após a recepção em Campinas, os queijos foram submetidos a um julgamento preliminar de odor e da aparência (em termos de textura, consistência e cor). Em seguida, foram realizadas análises microbiológicas e químicas em duplicatas, e testes sensoriais. Estas análises foram repetidas durante o período de armazenamento. As matérias-primas, leite e manteiga foram avaliadas por meio de análises microbiológicas e químicas.

3.2.1. ANÁLISES QUÍMICAS E FÍSICO-QUÍMICAS

Amostragem

Na primeira fase, a amostragem dos queijos foi realizada segundo as normas da A.O.A.C. (4). Usando faca pontiaguda, foram feitos dois cortes radiais ao centro, no caso de queijo cilíndrico. Quando o queijo tinha forma retangular, os cortes foram paralelos às bases. Devido às incoerências encontradas nos resultados das determinações de umidade em amostras duplicatas (coeficiente de variabilidade = 0,033-0,074%), outra técnica de amostragem foi adotada nas segunda e terceira fases. Na segunda amostragem, o coeficiente de variabilidade em duplicatas para determinação de umidade foi bem menor (0,0051-0,0094%). As amostras de queijo foram retiradas com uma sonda especial, que extraia uma porção no sentido de maior eixo central e duas em sentido perpendicular à primeira, e em pontos diagonalmente opostos, como no esquema abaixo (53).



Esquema de amostragem do queijo

Estas porções foram misturadas e trituradas em um gral, e a massa homogênea foi utilizada como amostra para todas as determina

ções. Imediatamente foram realizadas as determinações de umidade e cinzas. As amostras para as demais determinações, foram pesadas em bequeres (50 ml) cobertos com papel alumínio, colocadas em dessecadores, conservadas em refrigerador e analisadas dentro de uma semana.

A amostragem da manteiga foi feita, retirando porções de diversos pontos do produto, até aproximadamente 100 g. As porções foram misturadas, espalhadas em um círculo, divididas em quatro seções e duas seções opostas foram tomadas como amostras para as várias análises (4).

No caso do leite cru, foi feita uma boa agitação no tanque de recepção e em seguida, retiradas as amostras (4).

Análises do Queijo

Umidade

As determinações de umidade foram realizadas em estufa a vácuo, à 100°C e 4" de Hg, até peso constante, segundo A.O.A.C. (4).

Cinzas

As determinações de cinzas foram efetuadas em mufla, à temperatura de 550°C, segundo A.O.A.C. (4).

Acidez e pH

Nas determinações de acidez titulável, alíquotas de amostras diluídas com água, foram tituladas com solução de hidróxido de sódio 0,1 N, usando fenolftaleína como indicador. Os resultados foram expressos em percentagem de ácido lático (4). O pH foi determinado em potenciômetro marca Procyon, modelo pH

N-4, usando extrato aquoso do queijo (34, 46, 51). A água destilada usada para diluição dos queijos foi fervida e resfriada.

Gordura Total

Nas determinações de gordura, foi utilizado o método de extração ácida de Werner-Schmid (4, 51, 52). Foi usado também o método volumétrico de Gerber (41, 46, 51, 52) um método rápido, muito usado nas indústrias de laticínios. A partir dos valores de umidade e gordura, foi calculado o conteúdo de gordura no extrato seco (GES).

Proteína Total

As determinações de proteína total foram realizadas utilizando o método semi-micro Kjeldahl (51). A proteína total foi calculada, multiplicando a percentagem de nitrogênio total pelo fator 6,38 (4, 52).

Cloreto de Sódio

A percentagem de cloreto de sódio foi determinada pelo método clássico de Volhard (4, 24, 34), titulando o excesso de nitrato de prata padrão, com solução de tiocianato de potássio 0,1 N.

Separação da Gordura

A gordura dos queijos foi extraída com uma mistura de clorofórmio e metanol, segundo o método de Bligh e Dyer (7).

O extrato clorofórmico contendo os lipídeos, foi usado para determinar os índices de deterioração (52) e de adulteração (22) da gordura dos queijos. Para as determinações do teor de gordura, ácidos graxos livres e índice de peróxido, foram utilizados de cada vez, 20 ml do extrato. O solvente foi evaporado do res

tante do extrato clorofórmico, e a gordura ou óleo resultante foi usado para as determinações dos índices de saponificação, re fração e composição de ácidos graxos.

Teor de Gordura

Uma alíquota do extrato clorofórmico foi evaporada em cápsula de porcelana, usando banho-maria e estufa a vácuo. O teor de gordura determinado gravimetricamente, foi usado nos cálculos das determinações de ácidos graxos livres e Índice de peróxido.

Ácidos Graxos Livres

Para essa determinação, foram adicionados 20 ml de etanol neutralizado a um volume igual do extrato clorofórmico e os ácidos graxos livres foram titulados com uma solução de hidróxido de sódio 0,1 N, usando fenolftaleína como indicador (4). Os resultados foram expressos em percentagem de ácidos graxos livres na gordura extraída, em termos de ácido oleico.

Índice de Peróxido

O índice de peróxido foi determinado segundo a A.O.C.S. (5), usando uma alíquota do extrato clorofórmico como amostra. O iodo liberado pelo peróxido da amostra, foi titulado com tiosulfato de sódio padrão. O índice de peróxido foi calculado como miliequivalente por quilograma de gordura extraída.

Índice de Saponificação

Nas determinações deste índice, a saponificação das amostras - foi realizada com solução de hidróxido de potássio a 4% em etanol e os ácidos graxos foram titulados com solução de ácido clorídrico 0,5 N (43).

Índice de Refração

O índice de refração foi determinado em refratômetro Abbe, marca Carl Zeiss. Os resultados foram corrigidos em função da temperatura (4).

Composição dos Ácidos Graxos

Os ácidos graxos de dez Requeijões do Norte foram identificados e calculados quantitativamente através de cromatografia gasosa, nas segunda e terceira fases, logo após a chegada das amostras em Campinas, para detectar a adulteração dos queijos por óleos vegetais. Esta foi feita devido à dificuldade de verificar a adulteração através dos índices de saponificação e refração na primeira fase.

Diversos autores estudaram a composição média dos ácidos graxos da manteiga (29, 48, 70) e do queijo (20, 32, 47, 71) por cromatografia a gás. O uso deste método para controle da adulteração da manteiga é o mais adequado, por ser rápido, sensível e quantitativo (35). Foram detectados óleos vegetais em manteiga por cromatografia gasosa (48,49).

Na fabricação dos queijos I e IV, foi usada apenas manteiga como gordura. Por isso, os cromatogramas dos ácidos graxos destes queijos foram utilizados como padrões, para detectar a adulteração dos demais. Para verificar se a alteração ocorria diretamente na manteiga ou durante o processamento do queijo, foi determinada a composição de ácidos graxos da manteiga usada no processamento do Requeijão do Norte II. As manteigas correspondentes aos requeijões I e IV foram analisadas também para observar

a influência do processamento na composição de ácidos graxos dos queijos.

Os lipídeos foram saponificados com solução de hidróxido de sódio 0,5 N e os ácidos graxos foram metilados com uma solução de metanol e trifluoreto de boro (44, 66). Os metil-ésteres foram extraídos com éter de petróleo e injetados no cromatógrafo.

Foi utilizado o cromatógrafo a gás Perkin-Elmer, modelo 990, com detetor de ionização de chama. Foram usadas duas colunas: (1) 17% de PEGS em Chromosorb-W e (2) 3% de EGSS-X em Chromosorb-W, ambas com três metros de comprimento e 1/8" de diâmetro externo. O cromatógrafo foi operado nas seguintes condições:

Fluxos:

N₂ - 30 ml/min

H₂ - 35 ml/min

Ar - 500ml/min

Temperaturas:

detetor - 250°C

injetor - 250°C

coluna - (1) 185°C
(2) 145°C

Os picos foram identificados através de ácidos graxos padrões da "Polyscience Corporation", Estados Unidos.

A composição quantitativa dos ácidos graxos foi calculada por normalização, dividindo a área de cada pico pela soma das áreas de todos os picos. A área individual foi calculada, multiplicando a altura de cada pico pelo tempo de retenção (10).

Análises das Matérias-Primas

No leite foram determinados cinzas, densidade, extrato seco de sengordurado e total, gordura, proteína total e umidade, segundo A.O.A.C. (4).

As amostras de manteiga, foram dissolvidas em banho-maria à temperatura 39°C. Foram determinados cinzas, cloreto de sódio, gordura, pH e umidade, segundo normas da A.O.A.C. (4).

Para exame da gordura, a manteiga foi dissolvida a 60°C e fil-trada, mantendo a temperatura constante. No filtrado, foram determinados ácidos graxos livres (4), índices de peróxido (5), de saponificação (43, 51, 52) e de refração (4).

3.2.2. ANÁLISES MICROBIOLÓGICAS

A amostragem, preparação dos meios de cultura, diluições e condições de incubação, seguiram as normas do "Standard Methods for the Examination of Dairy Products" (25).

Amostragem

A amostra foi coletada assepticamente, usando material estéril (42) e retirando porções de cinco gramas de cinco pontos diferentes do queijo. Essas porções foram trituradas em gral estéril e usadas nas análises microbiológicas.

Das manteigas embaladas em pacote, na forma de paralelepípedo de 200 g, foram retiradas três porções, duas nas extremidades e uma no centro. As porções foram colocadas em frascos estéreis e conservadas em refrigerador.

As amostras de leite cru foram retiradas do tanque de recepção após uma agitação, visando homogeneização. O leite, à temperatura ambiente, foi coletado em dois vidros estéreis de 250 ml e analisado imediatamente.

Diluições

As diluições foram efetuadas em um liquidificador com copo estéril, adicionando aos 11 ml ou 11 g de cada produto (leite, manteiga e queijo), 99 ml de 2% de solução estéril de citrato de sódio aquecida a 40%, e a mistura foi agitada por 2 minutos. Em cada contagem, foi utilizado 1 ml das diluições. As diluições foram selecionadas na primeira fase, de maneira que o número total de colônias em uma placa, fosse entre 30 e 300.

Contagem Total

O meio usado para contagem total foi o FCA (Plated Counted Agar) a 44-46°C. As placas foram incubadas a 32±1°C por 48±3 hs.

Contagem de Fungos e Leveduras

A contagem de fungos e leveduras foi realizada usando o meio Agar Batata Dextrose, acidificado com 10% de ácido tartárico estéril, a pH 3,5±0,1. As placas foram incubadas a 21°C por cinco dias, fazendo-se uma leitura no terceiro e quinto dia.

Contagem de Coliformes

O número de coliformes foi determinado através do meio sólido VRB (Violet Red Bile Agar). A incubação das placas foi feita durante 24±2 hs a 32°C, quando devem aparecer colônias vermelho-escuras. As colônias duvidosas foram confirmadas com produção

de gás nos tubos de fermentação, incubados a 32°C até 48 hs, no meio Verde Brilhante Lactose Bile.

Contagens

As contagens foram realizadas em um contador de colônias tipo "Quebec Colony Counter", e os resultados foram expressos em números de microrganismos por grama de queijo e de manteiga, e por ml de leite.

3.2.3. ANÁLISE SENSORIAL

A análise sensorial foi realizada durante as três fases no Laboratório de Análise Sensorial da Universidade Estadual de Campinas. Os queijos foram avaliados logo após recepção e durante o armazenamento.

Na primeira fase foi efetuada a seleção de provadores com duas amostras de requeijão, uma industrializada e outra adulterada, através do teste de diferença-triangular com preferência (45) (Ficha anexa - Figura 2). A equipe de provadores era formada por dez elementos, separados em cinco nortistas, os que conhecem e consomem o Requeijão do Norte e em cinco sulistas.

Nas segunda e terceira fases, foi aplicado o teste de preferência - escala hedônica de nove pontos (37). O delineamento estatístico usado foi o de Blocos incompletos tipo V, onde $t = 5$, $k = 3$, $r = 6$, $b = 10$, $\lambda = 3$ e $E = 0,83$ (12).

Para uniformizar a amostragem, cada queijo foi cortado em cubos de aproximadamente dois centímetros, os pedaços da mesma amos-

Figura 2 - Ficha do Teste de Diferença Triangular com Preferência.

NOME: _____

DATA: ___/___/___

PRODUTO: _____

Em cada prova, duas das três amostras são iguais e uma é diferente. Assinale, por favor, a amostra diferente e dê a sua preferência.

	<u>Nº AMOSTRA</u>	<u>PREFERÊNCIA</u>	
		Diferente	Iguais
1. ^a Prova	_____	_____	_____
2. ^a Prova	_____	_____	_____
3. ^a Prova	_____	_____	_____

COMENTÁRIOS: _____

tra foram misturados entre si, e apresentados aos provadores.

Os pedaços de queijo eram servidos à temperatura ambiente, em pratinhos pretos codificados. Cada provador recebia o número de pratinhos conforme o delineamento e em um questionário (Ficha anexa - Figura 3), deveriam dar sua opinião sobre o sabor. As provas eram realizadas em cabines escuras, sob luz vermelha, para mascarar diferenças de cores. O teste era aplicado nos períodos da manhã e da tarde, duas horas antes e após o almoço.

3.2.4. ANÁLISES DURANTE O ARMAZENAMENTO




Em cada fase foi realizado um estudo do comportamento dos requeijões durante armazenamento. Foram estudadas as variações na composição química e o desenvolvimento da rancificação através de ácidos graxos livres e índice de peróxido, dando ênfase na influência da substituição de manteiga por óleos vegetais na conservação e sabor dos requeijões. A modificação no sabor foi estudada através da análise sensorial e a condição microbiológica foi avaliada por contagem total, de fungos e leveduras e de coliformes. Foram anotadas também observações sobre odor e aparência geral dos queijos.

Na primeira fase foi feito um teste preliminar, conservando uma parte dos queijos da mesma partida sob refrigeração por quinze dias, e outra parte à temperatura ambiente por dez dias, para observar as variações que ocorriam entre os dois tipos de armazenamento. Os queijos foram avaliados quimicamente após esses armazenamentos.

Figura 3 - Ficha do Teste de Preferência - Escala Hedônica de 9 pontos.

PRODUTO: _____
NOME: _____ DATA: ___/___/___

Instruções: Você vai receber 3 amostras para provar e deverá dar sua preferência, usando as escalas abaixo, considerando apenas o sabor. Ignore outras diferenças. Se desejar faça comentários.

Amostra nº	Amostra nº	Amostra nº
Gostei muitíssimo	Gostei muitíssimo	Gostei muitíssimo
		
Desgostei Muitíssimo	Desgostei Muitíssimo	Desgostei Muitíssimo

COMENTÁRIOS: _____

Na segunda fase foi estudado o armazenamento sob refrigeração durante três semanas. As análises microbiológicas foram repetidas após 15 e 21 dias, e as análises químicas e sensorial após quinze dias.

Na terceira fase os requeijões foram mantidos à temperatura ambiente, e foram realizadas as análises microbiológicas, químicas e sensorial após quinze dias.

No estudo sob refrigeração, os queijos foram conservados em refrigerador comum a 12°C. Este tipo de armazenamento é o mais coerente para as condições das regiões Norte e Nordeste, pela simplicidade e economia. No estudo à temperatura ambiente, os queijos foram armazenados em local com circulação de ar, longe da luz direta e protegidos de insetos.

Os queijos artesanais eram cortados em pedaços de 1,5 kg, guardados nas respectivas embalagens originais (plásticos), e o queijo I permanecia embalado em cryovac e refrigerado. Na segunda fase dois queijos industrializados permaneceram fechados no refrigerador para observação, por um e dois meses.

4. RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1. OBSERVAÇÕES GERAIS

Logo após a recepção em Campinas, os Requeijões do Norte foram submetidos a um julgamento preliminar. A apresentação das 15 amostras durante as três fases foi bem variada, principalmente quanto ao tipo de embalagem, formato, peso e aparência geral. O queijo industrializado I foi usado como padrão de comparação para as outras amostras por ser o mais constante em qualidade e preferido pelos consumidores. Era embalado em cryovac, e o rótulo especificava que a comercialização deveria ser feita sob refrigeração. Possuía formato de paralelepípedo de acordo com o RIISPOA (63), peso variando de 1,0-1,5 kg e o preço entre Cr\$ 75,00-80,00/kg. Os queijos artesanais variaram bastante de formato (cilíndrico, paralelepípedo) estando muitas vezes fora das exigências do RIISPOA (63). Eram embalados por plásticos, ou papel tipo vegetal branco ou vermelho, sem rótulos e apresentaram pesos entre 1,0 e 10,0 kg. A variação foi notável mesmo entre amostras da mesma firma. Os preços que estavam em torno de Cr\$ 55,00 no início do trabalho, aumentaram para Cr\$ 78,00 durante o estudo. Os queijos artesanais em geral, tinham boa consistência, mas em algumas amostras, havia uma grande separação de gordura, e com relação à textura, a maior parte apresentava pequenas oleaduras, mesmo logo após o processamento. A coloração era bem variável, sendo que as amostras adulteradas com

óleo vegetal, eram as mais escuras. O odor era característico, com algumas exceções, onde já se percebia um pouco o início da rancificação. A aparência geral dos Requeijões do Norte artesanais logo após o processamento, foi considerada boa com relação à parte externa. Entretanto, na parte interna, foi observada a ocorrência de sujidades, tais como: moscas, pedaços de cascas, pontos prêtos e brancos.

4.2. ANÁLISES QUÍMICAS

4.2.1. pH E COMPOSIÇÃO QUÍMICA DOS REQUEIJÕES DO NORTE LOGO APÓS O PROCESSAMENTO

Comparando os Quadros 9-11 e para o teor de gordura, os Quadros 12-14, verificam-se grandes variações na composição das várias amostras de Requeijão do Norte. As amplitudes para as diversas determinações nos quinze queijos coletados durante três épocas diferentes foram: umidade 47,45-57,28%, cinzas 2,16-3,73%, acidez láctica 0,25-0,43%, proteína total 25,2-35,6%, cloreto de sódio 1,00-2,49%, gordura 9,5-22,0%, GES 22,01-41,92% e pH 4,9-5,4.

Segundo o Diário Oficial de outubro de 1978 (17), as percentagens permitidas para queijos processados ou fundidos são: umidade, máximo de 50% e o GES, mínimo de 45%. Dos Requeijões do Norte analisados, 66% das amostras ultrapassaram o máximo de umidade e nenhuma alcançou o mínimo de GES.

Comparando com queijos processados e industrializados na Ingla-

Quadro 9 - pH e Composição Química do Requeijão do Norte (primeira fase).

Amostra	pH	Umidade %	Cinzas %	Acidez % ác. láctico	Proteína Total %	Cloreto de sódio %
Logo após o Processamento						
I	4,90	52,17	2,70	0,25	25,70	1,02
II	5,00	53,37	2,90	0,25	27,20	1,50
III	5,00	52,95	3,20	0,28	25,20	1,20
IV	5,20	55,92	2,40	0,39	26,90	1,50
V	5,20	47,52	2,66	0,22	25,70	1,20
Após 15 dias sob Refrigeração						
I	5,10	51,48	2,57	0,21	26,20	1,27
II	5,05	51,80	2,85	0,18	27,00	1,45
III	5,20	51,55	3,06	0,25	25,10	1,30
IV	5,30	53,80	2,16	0,22	26,30	1,50
V	5,20	46,77	2,48	0,18	24,80	1,32

Quadro 10 - pH e Composição Química do Requeijão do Norte (segunda fase).

Amostra	pH	Umidade %	Cinzas %	Acidez % ác. láctico	Proteína Total %	Cloreto de sódio %
Logo após o Processamento						
I	5,00	50,87	2,16	0,36	26,30	1,40
II	5,25	56,80	2,86	0,43	29,40	1,92
III	5,00	57,28	3,23	0,37	25,20	2,49
IV	5,30	55,39	3,28	0,39	28,60	2,70
V	5,40	52,32	3,20	0,39	32,00	2,40
Após 15 dias sob Refrigeração						
I	5,15	50,40	2,12	0,25	27,75	1,73
II	5,35	54,60	2,63	0,36	33,90	2,09
III	5,20	55,01	3,18	0,36	28,50	2,37
IV	5,30	53,55	3,12	0,28	26,80	2,54
V	5,40	51,00	3,08	0,36	28,85	2,44

Quadro II - pH e Composição Química do Requeijão do Norte (terceira fase).

Amostra	pH	Umidade %	Cinzas %	Acidez % ác. lático	Proteína Total %	Cloreto de sódio %
Logo após o Processamento						
I	5,20	49,34	2,83	0,36	26,20	2,00
II	5,10	50,61	2,74	0,39	29,30	1,60
III	5,20	49,20	3,73	0,28	35,60	2,10
IV	5,20	47,45	3,30	0,39	31,50	1,80
V	5,30	47,80	3,36	0,39	35,20	2,40
Após 15 dias à Temperatura Ambiente						
I	5,25	48,96	2,60	0,30	25,00	2,30
II	5,20	49,39	2,20	0,35	27,50	1,82
III	5,30	48,30	3,45	0,25	35,00	2,15
IV	5,30	47,00	3,15	0,30	31,00	1,77
V	5,35	47,15	3,20	0,28	34,55	2,35

Quadro 12 - Dados Analíticos da Gordura (primeira fase).

Anostra	Gordura %	Gordura no extrato seco %	Ácidos graxos livres % ác. oleico	Índice de peróxido meq/kg	Índice de saponificação	Índice de refração 40°C
Após o Processamento						
I	15,00	31,36	0,50	—	223,37	1,4533
II	13,00	27,87	0,43	1,42	243,66	1,4577
III	14,00	29,75	0,50	1,58	239,70	1,4599
IV	16,00	36,29	0,51	0,62	224,68	1,4537
V	22,00	41,92	0,84	0,52	256,80	1,4546
Após 10 dias à Temperatura Ambiente						
I	14,50	30,20	0,55	0,43		
II	12,00	25,60	1,20	4,85		
III	12,80	26,70	1,35	5,30		
IV	13,00	29,20	1,73	1,85		
V	19,50	37,00	1,95	2,40		
Após 15 dias sob Refrigeração						
I	14,50	29,90	0,75	0,50		
II	12,80	29,10	0,65	2,64		
III	13,70	28,50	0,60	3,07		
IV	15,40	34,10	0,89	1,25		
V	20,50	37,70	1,24	1,35		

Quadro 13 - Dados Analíticos da Gordura (segunda fase).

Amostra	Gordura %	Gordura no extrato seco %	Ácidos graxos livres % ác. oleico	Índice de peróxido meq/kg	Índice de saponificação	Índice de refração 40°C
Após o Processamento						
I	19,00	38,67	0,86	0,80	247,79	1,4557
II	9,50	22,01	0,39	1,30	263,20	1,4578
III	10,50	24,58	0,45	3,90	287,70	1,4600
IV	15,00	33,62	0,62	0,85	238,00	1,4560
V	13,00	27,26	0,55	0,60	251,50	1,4547
Após 15 dias sob Refrigeração						
I	17,50	35,50	1,00	1,70		
II	9,00	20,22	0,60	2,90		
III	10,00	22,90	0,80	6,00		
IV	13,50	29,00	1,00	2,20		
V	12,00	24,00	0,90	1,40		

Quadro 14 - Dados Analíticos da Gordura (terceira fase).

Amostra	Gordura %	Gordura no extrato seco %	Ácidos graxos livres % ác. oleico	Índice de peróxido meq/kg	Índice de saponificação	Índice de refração 40°C
Após o Processamento						
I	15,00	29,60	0,68	0,54	250,26	1,4550
II	12,00	24,30	0,45	3,40	248,62	1,4580
III	13,00	25,60	0,54	3,70	240,20	1,4597
IV	14,00	26,60	0,74	0,73	283,10	1,4550
V	15,00	28,70	0,76	0,77	266,00	1,4550
Após Armazenamento de 15 dias à Temperatura Ambiente						
I	14,80	29,10	0,90	1,40		
II	10,50	20,75	1,32	6,00		
III	11,00	21,35	1,50	6,00		
IV	12,00	22,00	1,60	1,90		
V	11,50	21,60	1,84	2,50		

terra (Quadro 6), os teores de umidade e proteína foram bem mais altos, enquanto que o teor de gordura foi menor nos Requeijões do Norte.

As variações observadas neste estudo, são maiores do que as encontradas em trabalho anterior (64), mas não tem base de comparação, porque Sanders não especificou o número de amostras analisado e as épocas de coleta.

A variabilidade nos resultados do Requeijão do Norte foi bem maior do que a encontrada no Queijo Minas Meia Cura, como se observa no Quadro 7. Entretanto, foi usado menor número de amostras e as coletas foram realizadas na mesma época. Comparando o Requeijão do Norte com o Queijo Prato (Quadro 8), as variações encontradas no Queijo Prato foram bem maiores, principalmente - considerando que eram provenientes da mesma firma. Vale salientar que apesar de terem processamentos diferentes, os queijos dos Quadros 7 e 8 foram usados para ter uma idéia do grau de variação do Requeijão do Norte em relação a outros queijos brasileiros já estudados.

A composição do Requeijão do Norte foi muito variável, mesmo entre amostras da mesma firma, coletadas em três períodos diferentes, como se observa no Quadro 15, que apresenta as médias, os desvios padrão e os coeficientes de variabilidade. De modo geral, a amostra I apresentou menor variação, especificamente - em termos de umidade, proteína e gordura. Mas mesmo no queijo industrializado, foi encontrada notável variabilidade nos teores de cinzas, sal e acidez láctica. A variação foi maior nos

Quadro 15 - Resumo das Variações na Composição do Requeijão do Norte nas Três Fases.

Determinações	Amostra				
	I	II	III	IV	V
Umidade	50,75±2,00	53,70±4,37	51,07±2,65	51,68±5,98	49,92±3,39
CV	0,03	0,08	0,05	0,11	0,07
Cinzas	2,48±0,45	2,82±0,11	3,46±0,37	2,85±0,63	3,01±0,49
CV	0,18	0,04	0,11	0,22	0,16
Acidez láctica	0,30±0,07	0,35±0,09	0,31±0,05	0,39±0	0,33±0,09
CV	0,25	0,26	0,17	0	0,30
Proteína total	26,00±0,42	28,30±1,55	30,40±7,35	29,20±3,25	30,45±6,71
CV	0,02	0,05	0,24	0,11	0,22
Cloreto de sódio	1,51±0,69	1,71±0,29	1,84±0,91	2,10±0,84	1,80±0,84
CV	0,46	0,17	0,49	0,40	0,47
Gordura	17,00±2,82	11,25±2,47	12,25±2,47	15,00±1,41	17,50±6,36
CV	0,17	0,22	0,20	0,09	0,36
GES	34,13±6,41	24,94±4,14	27,16±3,65	31,44±6,85	34,59±10,36
CV	0,19	0,17	0,13	0,22	0,30
pH	5,05±0,21	5,07±0,24	5,10±0,14	5,25±0,07	5,30±0,14
CV	0,04	0,49	0,02	0,01	0,02

queijos artesanais, principalmente na amostra V, que apresentou maior variabilidade no conteúdo de proteína, gordura, GES e acidez láctica. O queijo IV foi o que variou mais em termos de umidade e cinzas, mas apresentou menor variação em gordura, pH e acidez.

Considerando as diversas determinações, as variações maiores ocorreram no sal, na gordura e na acidez láctica. As variações ocorridas, principalmente nas unidades artesanais, podem ser explicadas pela falta de controle na adição do sal e da gordura e na eliminação do excesso de acidez. O ponto final da lavagem não é controlado por um método objetivo, como medida de pH ou acidez láctica, mas empiricamente, através da observação da coagulação da massa. Por ter sido usado um critério empírico, a acidez pode por outro lado, baixar muito, usando leite desnecessariamente. Além da acidez, a lavagem também pode influenciar o teor de cinzas.

4.2.2. COMPOSIÇÃO DE ÁCIDOS GRAXOS

No Quadro 16, observa-se a composição dos ácidos graxos das manteigas analisadas. Houve variação nas quantidades, mas a proporção foi mantida. Pequenas diferenças quantitativas nos ácidos graxos de manteigas foram também encontradas por outros autores (26, 44). Os valores se aproximam dos que estão apresentados no Apêndice 1, exceto no caso de ácido butírico, caproico, araquídico e araquidônico, que não foram detectados neste trabalho. Por outro lado, foram encontrados outros ácidos graxos além dos relatados por Woollen (75) e Metcalf (44). Essas discrepâncias podem

Quadro 16 - Composição de Ácidos Graxos da Manteiga.

Ácidos Graxos	Composição Relativa (%)		
	I ¹	II ²	IV ²
Caprílico (C ₈)	1,78	1,18	1,59
Cáprico (C ₁₀)	2,46	2,14	2,12
Não identificado (C ₁₁) ³	0,50	0,39	0,62
Láurico (C ₁₂)	3,45	2,79	2,56
Não identificado (C ₁₃) ³	0,24	0,24	0,39
Não identificado	0,18	0,26	0,44
Não identificado	0,28	—	—
Mirístico (C ₁₄)	12,96	10,89	9,78
Não identificado (C _{14:1}) ³	1,08	1,36	1,42
Não identificado (C ₁₅) ³	1,67	1,57	1,72
Não identificado	0,44	0,68	0,55
Palmítico (C ₁₆)	35,78	31,87	27,05
Não identificado (C _{16:1}) ³	0,69	2,37	2,33
Não identificado (C ₁₇) ³	0,78	0,99	1,15
Esteárico (C ₁₈)	32,09	14,48	15,56
Oleico (C _{18:1})		27,20	29,20
Linoleico (C _{18:2})	1,68	1,52	2,04
Linolenico (C _{18:3})	—	—	1,39

¹A cromatografia foi realizada em coluna de 3% de EGSS-X em cromosorb-W

²A cromatografia foi realizada em coluna de 17% de PEGS em cromosorb-W

³Identificado tentativamente por comparação do tempo de retenção percentagens encontrados por Metcalf (44).

ser devidas às diferenças nas condições cromatográficas, nas condições de fabricação e principalmente na composição do leite, que depende de vários fatores como raça do animal, tipo de alimentação, do estado de lactação, etc. (36, 48). Os ácidos graxos principais nas manteigas analisadas, foram respectivamente, palmítico, oleico, esteárico e mirístico, diferindo do Apêndice 1, apenas com relação ao ácido mirístico que foi um pouco maior do que o esteárico.

As composições de ácidos graxos dos queijos I, IV e V, feitos com manteiga, foram parecidas e se assemelhavam às das manteigas usadas para fabricação (Quadros 16, 17 e 18). Ligeiras diferenças quantitativas entre os queijos e as manteigas foram observadas, e poderiam ter sido introduzidas pelo cozimento da massa. Vanbelle (71) também não encontrou variações significativas na composição de ácidos graxos maiores do que C₈ em alguns tipos de queijos frescos e de massa cozida.

Tanto nas manteigas como nos queijos, não foram detectados os ácidos butírico e caproico, mesmo diminuindo a temperatura da coluna EGSS-X para 100°C. Wandeck (73) também não encontrou ácido butírico no queijo Prato-Lunch e Estepe, mas vários outros autores (2, 9, 20, 23, 28), observaram sua presença em queijos Provolone, Suiço, Parmesão, Gouda, Camembert e Minas. Quanto à manteiga, diversos autores detectaram os ácidos butírico e caproico (26, 44, 75). Esses ácidos graxos poderiam ter sido perdidos nos Requeijões do Norte durante o cozimento (85-90°C), porém sua ausência na manteiga, não tem explicação no momento. As

Quadro 17 - Composição de Ácidos Graxos do Requeijão do Norte
(segunda fase).

Ácidos Graxos	Composição Relativa (%) ¹				
	I	II	III	IV	V
Caprílico (C ₈)	1,68	1,28	2,35	2,20	1,75
Cáprico (C ₁₀)	2,28	1,64	2,96	2,41	2,36
Não identificado (C ₁₁) ²	0,49	0,37	0,37	0,58	0,52
Láurico (C ₁₂)	3,0	2,38	8,90	3,25	3,63
Não identificado (C ₁₂) ²	0,28	0,21	0,01	0,26	0,28
Não identificado	0,18	0,16	—	0,20	0,22
Não identificado	0,36	0,21	0,31	0,39	0,35
Mirístico (C ₁₄)	12,16	8,05	15,63	12,57	11,72
Não identificado (C _{14:1}) ²	1,20	0,72	0,97	1,22	1,08
Não identificado (C ₁₅) ²	1,17	0,51	0,81	1,18	1,69
Não identificado	1,69	1,08	1,43	1,58	0,31
Não identificado	0,52	0,31	0,23	0,45	0,42
Palmítico (C ₁₆)	32,65	22,95	30,30	33,28	35,62
Não identificado (C _{16:1}) ²	0,82	0,50	0,74	0,52	0,64
Não identificado (C ₁₇) ²	1,24	0,53	0,86	0,29	1,12
Esteárico (C ₁₈)					
+	35,63	56,93	30,90	37,17	34,40
Oleico (C _{18:1})					
Linoleico (C _{18:2})	2,07	4,59	3,10	2,37	1,70
Linolenico (C _{18:3})	—	—	—	—	—

¹A cromatografia foi realizada em coluna de 3% de EGG-S-X em chromosorb-W.

²Identificado tentativamente por comparação do tempo de retenção encontrados por Metcalf(44).

Quadro 18 - Composição de Ácidos Graxos do Requeijão do Norte
(terceira fase).

Ácidos Graxos	Composição Relativa (%) ¹				
	I	II	III	IV	V
Caprílico (C ₈)	2,51	2,14	3,20	1,05	1,49
Cáprico (C ₁₀)	2,94	2,20	2,90	2,08	1,94
Não identificado (C ₁₁) ²	0,93	0,35	0,38	0,35	0,26
Láurico (C ₁₂)	2,86	12,00	19,00	2,58	2,60
Não identificado (C ₁₂) ²	0,49	0,20	0,06	0,24	0,23
Não identificado	0,34	0,24	—	0,26	0,26
Mirístico (C ₁₄)	9,93	13,70	15,30	10,62	10,74
Não identificado (C _{14:1}) ²	1,41	0,81	0,98	1,32	1,47
Não identificado (C ₁₅) ²	1,37	0,60	1,00	1,60	1,32
Não identificado	—	0,35	0,29	0,36	0,33
Palmítico (C ₁₆)	30,44	17,80	16,20	28,07	30,12
Não identificado (C _{16:1}) ²	2,47	0,74	0,82	2,12	2,12
Não identificado (C ₁₇) ²	1,13	0,80	0,86	0,98	1,09
Esteárico (C ₁₈)	14,02	8,30	9,00	14,19	15,60
Oleico (C _{18:1})	26,70	22,80	16,50	30,58	27,84
Linoleico (C _{18:2})	2,41	1,75	1,40	1,74	1,37
Linolenico (C _{18:3})	traços	traços	traços	1,79	1,07

¹ A cromatografia foi realizada em coluna de 17% de PEGS em chromosorb-W.

² Identificado tentativamente por comparação do tempo de retenção encontrados por Metcalf (44).

perdas poderiam ocorrer durante a metilação e cromatografia, mas essas causas parecem improváveis, uma vez que o ácido butírico - padrão foi detectado nos cromatogramas e o método de metilação empregado (44), tenha sido desenvolvido para manteigas, mostrando a presença desses ácidos.

4.2.3. IDENTIFICAÇÃO DOS ÓLEOS ADULTERANTES

Na primeira fase, não foi possível confirmar através dos índices de saponificação e de refração, a suspeita de que os queijos II e III estavam adulterados. Não foi encontrada uma relação definitiva entre os índices e o tipo de óleo adicionado.

Um exame da composição de ácidos graxos determinado por cromatografia gasosa, mostrou que os queijos II e III nas segunda e terceira fases, foram realmente adulterados. A substituição da manteiga foi parcial, dificultando a identificação e quantificação, mas conclusões podem ser tiradas quanto ao tipo de óleo adicionado, e ser feita uma estimativa da quantidade adicionada. Foi levado em conta também, a disponibilidade dos óleos da região - Nordeste.

Examinando o queijo II na segunda fase, a diminuição do ácido mirístico indica que o óleo adicionado poderia ser de milho, algodão, soja ou amendoim. A percentagem de ácido palmítico foi baixa, excluindo o óleo de algodão, que tem um teor deste ácido na mesma faixa da manteiga e queijo feito com manteiga. Considerando a elevação da soma dos ácidos oleico e esteárico, que não separaram na coluna EGSS-X, foram eliminados os óleos de milho e de soja, que possuem valores na mesma faixa do queijo com manteiga.

Restou apenas o óleo de amendoim, que tem alto conteúdo de ácido oleico, como possibilidade. Esta foi confirmada, pelo teor de ácido linoleico que aumentou, mas não tanto para alcançar o alto nível dos óleos de soja e de milho. Considerando as relações das percentagens de mirístico, palmítico, esteárico + oleico e linoleico no queijo II, queijos de manteiga, e óleo de amendoim, a quantidade de óleo adicionada, poderia ser estimada em torno de 30% de gordura.

Já com o queijo III na mesma fase, os altos teores de ácidos láurico e mirístico, indicaram que o óleo adicionado tenha sido provavelmente de babaçú ou de côco. A composição em ácidos graxos desses dois óleos é bem próxima, dificultando a identificação conclusiva. A distinção poderia ser feita pelo teor de oleico, mas infelizmente, esse ácido não foi separado do esteárico pela coluna EGSS-X. Relacionando os ácidos láurico e mirístico do queijo III, com os queijos feitos com manteiga e óleos de babaçu ou côco, pode-se estimar a adulteração em torno de 10% de gordura.

Na terceira fase, os queijos II e III, também foram adulterados por óleo de babaçu ou de côco pelo alto teor de ácido láurico. A diminuição do ácido oleico no queijo III foi maior do que no queijo II, sugerindo que o óleo adicionado foi de côco (ácido oleico = 7%) no queijo III e de babaçú (ácido oleico = 13%) no queijo II. Porém, pelos teores dos ácidos láurico e mirístico - foi evidente que as quantidades de óleo adicionadas na amostra II foram menores do que na III, sugerindo que a mudança no nível de ácido oleico tenha sido causada simplesmente pela quantidade

e não pelo tipo de óleo. Por falta de outro critério de informação, não se pode definir se o óleo adicionado foi de babaçũ ou cõco. Considerando as relações entre queijo II, queijos feitos com manteiga e õleos de cõco e babaçu, quanto aos teores de ácido lâurico, mirístico, palmítico e oleico, as percentagens de õleo adicionadas foram estimadas em torno de 20% de gordura no queijo II e de 40% de gordura no queijo III.

4.3. MUDANÇAS DURANTE O ARMAZENAMENTO

Das determinações apresentadas nos Quadros 9-14, apenas o pH se manteve durante o armazenamento, tanto à temperatura ambiente, como sob refrigeração, apesar de que a acidez (% ácido lâtico) - diminuiu ligeiramente. Houve um pequeno decréscimo também, no teor de cinzas em ambas condições de armazenamento e na proteína, durante o armazenamento à temperatura ambiente. Nas amostras refrigeradas, os valores de proteína foram irregulares, aumentando ligeiramente em alguns casos e diminuindo em outros. As maiores modificações observadas durante o armazenamento, foram na umidade, gordura, ácidos graxos livres e índice de perõxido, encontradas no Quadro 19.

Umidade

Em todos os casos, houve diminuição da umidade durante o armazenamento. O grau da perda foi dependente do teor inicial, do tipo de embalagem e da temperatura de armazenamento. A amostra I, a única embalada com cryovac, foi a que perdeu menos umidade nas três fases. Os queijos artesanais embalados em plásticos perderam mais, e o decréscimo foi diretamente proporcional ao teor i-

Quadro 19 - Mudanças Químicas Durante o Armazenamento do Re-
queijão do Norte nas Três Fases.

Amostra	Diferenças entre teores inicial e final			
	Umidade %	Gordura %	FFA ác. graxos livres %	Índice de Peróxido meq/kg
Primeira Fase				
<u>10 dias à temperatura ambiente</u>				
I*	- 0,4	-0,5	+0,05	+0,43
II	-1,39	-1,0	+0,77	+3,43
III	-1,21	-1,2	+0,85	+3,72
IV	-1,60	-3,0	+1,22	+1,23
V	-0,40	-2,5	+1,11	+1,88
<u>15 dias sob refrigeração</u>				
I	-0,69	-0,5	+0,77	+0,50
II	-1,57	-0,2	+0,22	+1,22
III	-1,40	-0,3	+0,10	+1,49
IV	-2,12	-0,6	+0,38	+0,63
V	-0,75	-1,5	+0,40	+0,83
Segunda Fase				
<u>15 dias sob refrigeração</u>				
I	-0,47	-1,5	+0,14	+0,9
II	-2,20	-0,5	+0,21	+1,6
III	-2,27	-0,5	+0,35	+2,1
IV	-1,84	-1,5	+0,38	+1,35
V	-1,32	-1,0	+0,35	+0,8
Terceira Fase				
<u>15 dias à temperatura ambiente</u>				
I*	-0,38	-0,02	+0,22	+0,86
II	-1,22	-1,5	+0,87	+2,6
III	-0,9	-2,0	+0,96	+2,3
IV	-0,45	-2,0	+0,86	+1,17
V	-0,65	-3,5	+1,10	+1,83

* A amostra I permaneceu sob refrigeração.

nicial, isto é, os queijos com maior umidade no início, perderam proporcionalmente mais umidade. Por isso, a variação na umidade entre amostras no final da estocagem, foi menor do que entre as mesmas amostras logo após o processamento. Comparando as amostras da segunda fase (refrigeradas por 15 dias) e da terceira fase (à temperatura ambiente por 15 dias), pode-se concluir que os queijos perderam mais umidade quando armazenados sob refrigeração, apesar das amostras serem diferentes. Na primeira fase, as amostras refrigeradas também perderam mais umidade, mas o tempo de armazenamento foi de 10 dias à temperatura ambiente e 15 dias sob refrigeração. A diferença na perda de umidade entre os armazenamentos é explicável, pelo fato do refrigerador ter uma umidade relativa menor do que o ambiente.

Gordura

Como a umidade, a gordura também diminuiu em todas as amostras durante o armazenamento e a perda foi dependente do teor inicial e da temperatura de armazenamento. Entretanto, o efeito da temperatura foi contrário, isto é, o decréscimo de gordura em todos os casos, foi menor nas amostras refrigeradas. Isso se deve à degradação mais rápida da gordura em temperatura ambiente pela rancificação hidrolítica e oxidativa. Como no caso da umidade, a perda de gordura foi diretamente proporcional ao teor inicial. Por ter sido embalada em cryovac, foi esperado que a amostra industrializada perdesse menos gordura, mas a perda em certas amostras artesanais foi menor.

Na primeira fase, a gordura foi determinada pelos métodos Werner-Schmid (4) e de Gerber (52). Como as diferenças foram pequenas,

o método volumétrico de Gerber foi usado nas demais fases, pela simplicidade e rapidez.

Ácidos Graxos Livres

Como pode ser verificado nos Quadros 12-14, os teores de ácidos graxos logo após o processamento já foram altos (0,43%-1,84%) e proporcionais ao conteúdo de gordura. Os queijos feitos com manteiga I, IV e V, que apresentaram sempre maiores teores de gordura do que os queijos adulterados I e II, tiveram maior percentagem de ácidos graxos livres. Os ácidos graxos livres aumentaram em todas as amostras durante o armazenamento, como se observa no Quadro 19, mostrando a ocorrência da rancificação hidrolítica. O queijo I embalado com cryovac e sempre refrigerado, foi o que aumentou menos. Nas amostras artesanais, o aumento foi mais notável durante a estocagem à temperatura ambiente.

Pearson (51), cita que entre 0,5-1,5%, o sabor rançoso já pode ser detectado. Os valores encontrados em quase todas as amostras, mesmo antes do armazenamento, já foram nessa faixa.

Índice de Peróxido

Os índices de peróxido também aumentaram em ambas condições de armazenamento, evidenciando o desenvolvimento de rancificação oxidativa, o aumento sendo mais marcante à temperatura ambiente. Ao contrário dos ácidos graxos livres, em todas as fases os queijos adulterados II e III sofreram maior incremento do que os queijos feitos com manteiga I, IV e V. Sendo protegido com embalagem cryovac, o industrializado foi o que variou menos.

Segundo Pearson (52), um gosto rançoso começa a ser notado, quan

do o índice de peróxido está entre 10-20 miliequivalentes por quilograma de gordura. Os resultados encontrados nos requeijões não chegaram a atingir esses valores.

Examinando os teores de ácidos graxos livres e índice de peróxido dos requeijões, pode ser verificado que a rancificação hidrolítica estava em grau mais avançado do que a rancificação oxidativa. Esta observação está de acordo com Patton (50), que cita o queijo como um dos produtos de laticínios que tem um baixo potencial de oxidação-redução e, conseqüentemente, resistente à deterioração oxidativa. Foi notado também, que os queijos feitos com manteiga foram mais suscetíveis à rancificação hidrolítica do que os queijos adulterados. A adição de óleo vegetal aumenta a suscetibilidade do queijo à rancificação oxidativa.

Durante o armazenamento, foram anotadas observações sobre a aparência e o odor dos Requeijões do Norte. O queijo industrializado I, permaneceu sempre refrigerado, e manteve em geral, suas características iniciais, apesar de também não ter sido sempre constante em suas propriedades. As modificações nos queijos artesanais foram maiores na parte externa, onde foi observado o crescimento de fungos coloridos, a formação de gomas, descolorações e rachaduras pequenas próximas à superfície, sendo mais aparente nas amostras com alta contagem microbiológica. No armazenamento à temperatura ambiente, a rancificação foi mais intensa, houve um escurecimento marcante dos queijos adulterados com óleo vegetal, e o aspecto externo foi bem desagradável. Sob refrigeração, os queijos apresentaram superfície mais seca, com menor formação de gomas, manchas coloridas e descolorações. Nos dois -

tipos de armazenamento, o aspecto interno em geral, não modifi
cou muito. Na segunda fase, o queijo industrializado I foi armazen
ado sob refrigeração durante dois meses, sem alterações no
sabor e na aparência geral.

4.4. ANÁLISES MICROBIOLÓGICAS

O Quadro 20 apresenta as contagens microbiológicas do Requeijão
do Norte nas segunda e terceira fases (10 amostras), em termos
de coliformes, contagem total e de fungos e leveduras.

A contagem de coliformes teve grande variação, de $0,1 \times 10^3$ -
 $32,0 \times 10^3$ /g, sendo a média entre as 10 amostras de $9,8 \times 10^3$ /g.
Dessas amostras, 40% apresentaram contagens menores que $1,0 \times$
 10^3 /g, 60% menores que $5,0 \times 10^3$ /g e 30% maiores que 20×10^3 /g
(onde os queijos com manteiga I, IV e V apresentaram contagens
menores que $3,0 \times 10^3$ /g). Com um controle higiênico, é perfeitamen
te viável diminuir a contagem de coliformes, possivelmente
abaixo de 200/g, pois estes foram os valores encontrados nos
queijos I e V na terceira fase.

A variação encontrada na contagem total dos requeijões, foi de
 $6,1 \times 10^3$ - $64,0 \times 10^6$ /g, com valor médio de $14,2 \times 10^6$ /g e apenas
uma amostra apresentou contagem abaixo de $1,0 \times 10^4$ /g. Das
10 amostras, 40% tiveram contagens abaixo de $1,0 \times 10^6$ /g e 60%
acima de $1,0 \times 10^6$ /g. As contagens encontradas, indicam uma alta
recontaminação, visto que pelo tratamento térmico na massa,
o queijo deveria apresentar uma contagem bem menor, possivelmente
em torno de $6,0 \times 10^3$ /g, apresentada pelo queijo I na terceira

Quadro 20 - Análises Microbiológicas do Queijão do Norte logo após o Processamento (segunda e terceira fases).

Contagens	Amostra				
	I	II	III	IV	V
<u>Segunda Fase</u>					
Coliformes/g	$2,8 \times 10^3$	$23,8 \times 10^3$	$8,5 \times 10^3$	$3,0 \times 10^3$	$0,2 \times 10^3$
Contagem total/g	$56,0 \times 10^3$	$30,0 \times 10^6$	$64,0 \times 10^6$	$16,6 \times 10^6$	$20,5 \times 10^6$
Fungos e leveduras/g	$7,8 \times 10^3$	$22,9 \times 10^6$	$7,2 \times 10^6$	$2,9 \times 10^6$	$0,1 \times 10^6$
<u>Terceira Fase</u>					
Coliformes/g	$0,1 \times 10^3$	$32,0 \times 10^3$	$27,0 \times 10^3$	$0,4 \times 10^3$	$0,4 \times 10^3$
Contagem total/g	$6,1 \times 10^3$	$6,5 \times 10^6$	$4,0 \times 10^6$	$0,6 \times 10^6$	$0,1 \times 10^6$
Fungos e leveduras/g	$4,2 \times 10^3$	$1,0 \times 10^6$	$1,0 \times 10^6$	$0,1 \times 10^6$	$0,1 \times 10^6$

ra fase.

A variação na contagem de fungos e leveduras foi de $4,2 \times 10^3$ - $22,9 \times 10^6$ /g, sendo o valor médio de $3,3 \times 10^6$ /g, e apenas uma amostra estava abaixo de $1,0 \times 10^4$ /g. Das amostras, 20% apresentaram contagem abaixo de $1,0 \times 10^4$ /g, 50% entre $1,0 \times 10^5$ - $1,0 \times 10^6$ /g e 30% acima de $1,0 \times 10^6$ /g. O queijo I embalado com cryovac, apresentou uma contagem bem menor, indicando que a flora dos requeijões artesanais era principalmente aeróbica.

A variação das contagens de coliformes, total e de fungos e leveduras, foi grande também entre amostras da mesma firma. Nas duas fases, os queijos II e III apresentaram as maiores contagens e a menor contagem foi encontrada no queijo I, industrializado, sendo que na terceira fase, suas contagens foram ainda menores. As baixas contagens encontradas no Requeijão do Norte I, são devidas à embalagem do tipo cryovac, à qualidade das matérias-primas e aos cuidados higiênicos durante a fabricação. É bom salientar que, apesar do requeijão industrializado ter apresentado as menores contagens, o controle higiênico durante sua fabricação não deve ser descuidado, uma vez que na segunda fase, sua contagem total foi relativamente alta. O queijo V na terceira fase apresentou contagens relativamente baixas com relação aos demais, mostrando que também os queijos artesanais têm condições de evitar a recontaminação.

A ausência de legislação brasileira para tolerâncias microbiológicas no Requeijão do Norte ou em queijos parecidos, impede tirar conclusões finais. Entretanto, considerando que logo após o

processamento, as contagens deveriam ser baixas pelo cozimento da massa (18), e que o pH encontrado nos Requeijões do Norte dificilmente permitiria o crescimento de bactérias do gênero *Clostridium* (34), há uma indicação de que a flora do Requeijão do Norte seja proveniente principalmente de uma recontaminação superficial, visto que os microrganismos não haviam tido oportunidade de penetrar na parte interna do queijo.

Foi realizado um estudo preliminar, com o objetivo de acompanhar a evolução da flora microbiológica do Requeijão do Norte, durante o armazenamento por 15 dias, sob refrigeração e à temperatura ambiente, como se observa no Quadro 21. Entretanto, em função das altas contagens iniciais e do número limitado de amostras, as alterações da flora microbiana não foram coerentes, mesmo observando que com relação à contagem total e de fungos e leveduras, houve uma diminuição no armazenamento sob refrigeração e um aumento à temperatura ambiente. Pelas análises químicas (percentagem de ácidos graxos livres) e sensorial (sabor rançoso), foi evidenciada a atuação enzimática resultante da flora superficial, que de acordo com o tempo, penetrava nos queijos atingindo 5-10 mm. A alta recontaminação microbiológica gera má aparência, sabores e aromas desagradáveis em alguns Requeijões do Norte, causando prejuízos de ordem econômica em termos de produtos não vendidos, e ao nível do consumidor em muitos casos, há a necessidade de raspar uma grande parte da superfície do queijo.

Quadro 21 - Análises Microbiológicas do Requeijão do Norte durante o Armazenamento (segunda e terceira fases).

Contagens	Amostra				
	I	II	III	IV	V
<u>Segunda fase</u>					
15 dias sob refrigeração					
Coliformes/g	-	-	$9,0 \times 10^2$	-	-
Contagem total/g	$3,2 \times 10^3$	$8,4 \times 10^6$	$46,0 \times 10^6$	$1,1 \times 10^6$	$0,2 \times 10^6$
Fungos e leveduras/g	$7,2 \times 10^3$	$1,2 \times 10^6$	$2,7 \times 10^6$	$1,1 \times 10^6$	$83,0 \times 10^3$
21 dias sob refrigeração					
Coliformes/g	-	-	$3,1 \times 10^2$	-	-
Contagem total/g	$1,9 \times 10^3$	$2,8 \times 10^6$	$3,2 \times 10^6$	$1,2 \times 10^6$	$0,3 \times 10^6$
Fungos e leveduras/g	$5,4 \times 10^3$	$0,7 \times 10^6$	$0,8 \times 10^6$	$0,2 \times 10^6$	$20,0 \times 10^3$
<u>Terceira fase</u>					
15 dias à temperatura ambiente					
Coliformes/g	-	$3,3 \times 10^2$	$1,3 \times 10^2$	$0,5 \times 10^2$	-
Contagem total/g	$2,8 \times 10^3$ *	$0,1 \times 10^9$	$87,0 \times 10^6$	$20,0 \times 10^6$	$6,0 \times 10^6$
Fungos e leveduras/g	$3,5 \times 10^3$ *	$68,0 \times 10^6$	$0,2 \times 10^9$	$4,3 \times 10^6$	$4,6 \times 10^6$

*A amostra I permaneceu sob refrigeração.

4.5. ANÁLISE SENSORIAL

Na primeira fase, os resultados dos testes preliminares de seleção dos provadores, através do teste triangular, foram analisados pela tabela do Qui-Quadrado (3).

O Quadro 22 fornece os resultados da avaliação do sabor do Requeijão do Norte nas duas fases, logo após o processamento e durante o armazenamento sob refrigeração e à temperatura ambiente. Como os dados encontrados por sulistas e nortistas foram próximos, foi usada uma média geral, para os resultados dos testes das segunda e terceira fases.

Examinando os queijos logo após o processamento nas duas fases, as amostras com manteiga I, IV e V, obtiveram as melhores médias (Quadro 22). As amostras adulteradas II e III foram as de piores médias, sendo a amostra III, a de média mais baixa em ambas as fases. O resultado da análise de variância do Quadro 23, mostrou que as diferenças na 2.^a fase não foram significativas. Na terceira fase, a análise estatística indicou uma diferença de 1% entre as amostras com manteiga e as adulteradas II e III. As amostras com manteiga I, IV e V não diferiram entre si e as amostras adulteradas II e III também não foram diferentes.

Após o armazenamento de 15 dias sob refrigeração, as diferenças nas amostras da segunda fase, passaram a ser significativas, ao nível de 1%. Foi aplicado teste de média (Student) (12), indicando que a amostra I não diferiu da V, mas diferiu das amostras II e IV, ao nível de 1% de significância. A amostra II não dife

Quadro 22 - Resultados Médios da Avaliação do Sabor do Requeijão do Norte (segunda e terceira fases).

	Amostra				
	I	II	III	IV	V
<u>Segunda fase</u>					
Logo após o processamento	5,65	4,41	3,93	5,65	6,31
15 dias sob refrigeração	6,28	5,40	4,31	5,50	6,24
<u>Terceira fase</u>					
Logo após o processamento	6,14	4,56	4,42	5,98	5,78
7 dias à temperatura ambiente	6,46*	4,98	4,78	5,57	5,54
15 dias à temperatura ambiente	6,71*	4,85	4,15	5,87	5,44

* A amostra I permaneceu sob refrigeração.

Quadro 23 - Análise de Variância da Avaliação do Sabor do Requeijão do Norte (segunda e terceira fases).

<u>Segunda fase</u>					
Após o processamento					
CV	GL	SQ	QM	F	
Blocos	9	11,25	1,25	0,18	n.s.
Tratamentos	4	16,18	4,04	0,58	n.s.
Erro	16	110,98	6,93		
Total	29	138,42			
15 dias sob refrigeração					
Blocos	9	4,66	0,51	1,96	n.s.
Tratamentos	4	15,74	3,93	15,11	**
Erro	16	4,18	0,26		
Total	29	24,58			
<u>Terceira fase</u>					
Após o processamento					
Blocos	9	2,77	0,30	1,42	n.s.
Tratamentos	4	13,76	3,44	16,38	**
Erro	16	3,38	0,21		
Total	29	19,92			
7 dias à temperatura ambiente					
Blocos	9	7,93	0,88	2,44	**
Tratamentos	4	8,67	2,16	6,00	n.s.
Erro	16	5,81	0,36		
Total	29	22,41			
15 dias à temperatura ambiente					
Blocos	9	9,29	1,03	4,47	**
Tratamentos	4	19,21	4,80	20,86	**
Erro	16	3,76	0,23		
Total	29	32,26			

n.s. - não significativo

**significativo ao nível de 1%

riu da amostra IV, mas diferiu da amostra V, ao nível de 5%. As amostras adulteradas, II e III, diferiram entre si ao nível de 1%, mostrando a influência do tipo e quantidade do óleo usado na adulteração, pois o queijo III adulterado com óleo de côco ou babaçu, diferiu dos demais ao nível de 1%.

Quanto às amostras da terceira fase, após o armazenamento de 7 dias à temperatura ambiente, as diferenças continuaram ao nível de 1% de significância. Começou a ser notada uma pequena diferença entre a amostra I industrializada e as artesanais IV e V, fabricadas com manteiga. Entretanto, as amostras artesanais IV e V não diferiram entre si e nem das adulteradas, mas baixaram de média, como se observa no Quadro 22. As amostras adulteradas II e III, continuaram a não diferir, tendo provavelmente o mesmo óleo. Após o armazenamento de 15 dias à temperatura ambiente, as diferenças foram significativas ao nível de 1%. Observa-se a grande diferença da amostra I, refrigerada, com os demais queijos, ao nível de 1%. As amostras adulteradas II e III, passaram a diferir, sendo a amostra III a pior, por ter maior percentagem de óleo adulterante. A amostra III diferiu das demais amostras ao nível de 1%. As amostras artesanais com manteiga IV e V, continuaram não diferindo, sendo que a amostra V tinha a média um pouco mais baixa, se aproximando do queijo II adulterado.

Pela grande variabilidade e número limitado de amostras, não é possível correlacionar definitivamente os resultados das análises químicas, microbiológicas e sensorial. Podem ser feitas algumas observações, que devem ser verificadas por estudos mais específicos, com parâmetros mais definidos.

Foi na segunda fase, logo após o processamento, que os queijos, tiveram piores valores no sabor, com exceção do queijo V, coincidindo com a maior contagem microbiológica e alto teor de ácidos graxos livres e Índice de peróxido. Entretanto, após o armazenamento sob refrigeração, as amostras indicaram as maiores médias de toda a análise sensorial. A refrigeração melhorou o sabor dos queijos, aumentando os valores dos queijos I, II e III e mantendo os valores dos queijos IV e V praticamente constantes. À temperatura ambiente, os valores correspondentes ao sabor diminuíram, coincidindo com o maior teor de ácidos graxos livres e Índice de peróxido e elevada contagem microbiológica. A temperatura ambiente influenciou negativamente, principalmente nos queijos artesanais feitos com manteiga.

Logo após o armazenamento, as diferenças entre amostras adulteradas não foram muito percebidas, independentemente do tipo e quantidade de óleo adicionado. As diferenças começaram a ser notadas, após as duas condições de armazenamento. A amostra II da segunda fase, adulterada com 30% de óleo de amendoim, teve melhor sabor do que a amostra III adulterada com 10% de óleo de côco ou de babaçu. Comparando as amostras II e III da terceira fase, que foram adulteradas com óleo de côco ou de babaçu, a amostra III, que apresentou a maior quantidade de óleo adulterante, foi a pior segundo a análise sensorial. Estas observações - mostraram a influência do tipo e quantidade do óleo adulterante no sabor.

4.6. ANÁLISES DAS MATÉRIAS-PRIMAS

Duas amostras de leite cru e três de manteiga, usadas no processamento de alguns Requeijões do Norte na segunda fase, foram avaliadas para dar uma idéia da qualidade das matérias-primas, das suas influências sobre as características do queijo e para localizar a possível fonte da alta contagem microbiológica apresentada por alguns requeijões.

Leite

Os leites analisados se encontravam em bom estado, como se observa no Quadro 24, suas composições foram próximas, seus valores médios foram próximos aos fornecidos por Spreer (69) e dentro dos limites exigidos pelo RIISPOA (63), excetuando a acidez do leite IV, que já se apresentava bem alta.

O RIISPOA não fornece limites de contagens no leite cru. Demeter e Oldorff (16) consideram um leite bom até 500.000 germes / ml e um leite médio, entre 500.000 e 4 milhões/ml. Baseados nesses dados, o leite I pode ser considerado bom e o IV, como médio, como se observa no Quadro 25. Alais (1) encontrou no leite cru, uma grande variação de bactérias coliformes, sendo que o maior número de amostras estava entre 100 e 500/ml. Os leites I e IV também se encontram dentro dessa faixa.

Manteiga

O Quadro 26 apresenta a composição das manteigas I, II e IV. As percentagens de umidade e gordura estavam dentro dos limites especificados pela legislação brasileira (63), apesar das três manteigas apresentarem valores de gordura bem mais altos do que

Quadro 24 - Composição Química do Leite Cru (segunda fase).

	Amostra	
	Leite I	Leite IV
Acidez (% ácido lático)	0,17	0,23
Cinzas (%)	0,83	0,81
Densidade (g/cm ³)	1,032	1,031
Extrato seco desengordurado (%)	8,66	8,56
Extrato seco total (%)	12,42	12,00
Gordura (%)	3,76	3,44
Proteína total (%)	3,51	3,65
Umidade (%)	87,58	88,00

Quadro 25 - Análises Microbiológicas do Leite Cru e da Manteiga
(segunda fase).

Contagem	Amostra		
	Leite I		Leite IV
Coliformes/ml	$0,9 \times 10^2$		$3,8 \times 10^2$
Contagem total/ml	$1,3 \times 10^5$		$2,7 \times 10^6$
	Manteiga I	Manteiga II	Manteiga III
Coliformes/g	-	$0,3 \times 10^2$	$0,5 \times 10^2$
Contagem total/g	$35,0 \times 10^3$	$15,5 \times 10^6$	$1,3 \times 10^6$
Fungos e leveduras/g	$0,8 \times 10^2$	$31,1 \times 10^6$	$1,0 \times 10^6$

os fornecidos por alguns autores (6, 51). O teor de sal estava abaixo do requerido pela legislação (63). O índice de saponificação estava dentro dos limites e o índice de refração das amostras II e IV eram um pouco maiores do que os do RIISPOA (63), estando dentro da faixa dada por Pearson (51). As maiores variações encontradas, foram nos ácidos graxos livres (0,44-1,00%) e índice de peróxido (0,60-1,99%). O valor de ácidos graxos das três manteigas foi maior do que o permitido pelo RIISPOA (63), para a região do Nordeste.

A manteiga I proveniente da indústria, foi feita com creme pasteurizado. Os coliformes estavam ausentes e as contagens total e de fungos e leveduras apresentadas no Quadro 25, se encontravam dentro da faixa indicada por Macy (40), para manteiga pasteurizada e salgada. As manteigas II e IV apresentaram contagens total e de fungos e leveduras maiores do que $1,0 \times 10^6/g$, sendo esses valores, maiores do que os encontrados por Alais (1), em manteiga de granja não pasteurizada. As altas contagens podem ser devidas à água utilizada na lavagem da manteiga e por falta de higiene durante a fabricação.

O leite I e a manteiga I estavam em bom estado, fornecendo um produto de boa qualidade. Na segunda fase, os queijos II e IV já apresentaram logo após o processamento, contagens total e de fungos e leveduras maiores do que $1,0 \times 10^6/g$, sendo coincidentes com as altas contagens das manteigas II e IV, que foram também maiores do que $1,0 \times 10^6/g$, podendo indicar que apesar do cozimento, a alta contagem inicial da manteiga tenha influido -

Quadro 26 - Composição Química da Manteiga (segunda fase).

Determinações	Amostra		
	Manteiga I	Manteiga II	Manteiga IV
Cinzas (%)	1,67	1,40	0,98
Cloreto de sódio (%)	1,47	1,00	0,80
Gordura (%)	89,63	90,60	88,22
pH	5,40	5,20	5,40
Umidade (%)	8,70	8,00	10,80
Ácidos graxos livres (% ácido oleico)	0,44	0,70	1,05
Índice de peróxido (meg/kg)	0,60	1,99	1,60
Índice de saponificação	230,90	228,30	224,60
Índice de refração (40°C)	1,4558	1,4564	1,4560

na qualidade do queijo (36). Além disso, a manteiga IV apresentava um alto teor de ácidos graxos livres e índice de peróxido, que foi refletido no queijo correspondente. Segundo Foster (18) se a atividade lipolítica na manteiga era alta e a rancificação já tinha desenvolvido, o sabor e aroma rançosos continuarão no produto final, mesmo após o cozimento.

5. CONCLUSÕES

As conclusões mais importantes deste trabalho foram:

1. A composição das 15 amostras de Requeijão do Norte foi notavelmente variada, mesmo entre amostras da mesma firma.
2. A composição de ácidos graxos dos queijos feitos com manteiga foi parecida, e se assemelhava à das manteigas usadas para fabricação.
3. Das 10 amostras submetidas à cromatografia gasosa, 6 foram feitas com manteiga. Das amostras restantes, 1 foi adulterada com óleo de amendoim e 3 com óleo de babaçu ou de côco, sendo a adulteração em torno de 10,0-40,0% de gordura.
4. Durante o armazenamento, ocorreram perdas marcantes de umidade e gordura, sendo que a perda de umidade foi maior sob refrigeração e a perda de gordura foi maior à temperatura ambiente.
5. As amostras apresentaram um estado avançado de rancificação hidrolítica, mesmo logo após o processamento, provavelmente causado pela manteiga usada na fabricação. O processo progrediu muito durante o armazenamento, especialmente à temperatura ambiente. Os queijos com manteiga, foram mais suscetíveis à rancificação hidrolítica do que os adulterados.
6. A rancificação oxidativa não chegou a atingir um alto nível,

mesmo após o armazenamento à temperatura ambiente e a adição de óleo vegetal aumentou a suscetibilidade dos queijos à rancificação oxidativa.

7. As contagens microbiológicas foram variadas e altas logo após o processamento, sendo devidas principalmente à uma recontaminação na fase final de fabricação e na estocagem.
8. Pela análise sensorial, os queijos feitos com manteiga foram preferidos aos queijos adulterados, principalmente após o armazenamento. O armazenamento sob refrigeração melhorou o sabor dos queijos. Dos adulterados, o queijo com óleo de amendoim foi o menos prejudicado no sabor. O prejuízo da adulteração do óleo de babaçu ou de côco foi proporcional à quantidade adicionada. A substituição parcial de manteiga por óleo vegetal pode ser feita com benefício econômico e sem muito prejuízo no sabor, se o tipo de óleo for bem escolhido e a quantidade não ultrapassar 10% de gordura.
9. Devido às melhores condições de fabricação, do controle de qualidade e higiênico, da embalagem tipo cryovac e da refrigeração, o queijo industrializado apresentou, em geral, as melhores propriedades químicas, microbiológicas e sensoriais, apesar de que em alguns casos, sua qualidade variou e foi pior do que em alguns queijos artesanais.
10. Após o armazenamento de 15 dias à temperatura ambiente, os queijos artesanais, embalados em plásticos, estavam ainda aceitáveis para consumo, desde que fôsse cortada a camada su-

perficial.

A refrigeração prolongou o tempo de armazenamento dos queijos artesanais até 21 ou mais dias. Embalado em cryovac e sob refrigeração, a durabilidade aumentou até dois meses, como foi observado no queijo industrializado, em termos de sabor e aparência geral.

11. As indústrias e unidades artesanais do Requeijão do Norte podem melhorar a qualidade e evitar a recontaminação com:
 - a) melhor controle de qualidade e de quantidade das matérias-primas;
 - b) padronização das várias etapas de fabricação;
 - c) manutenção de condições higiênicas em todas as fases do processamento;
 - d) embalagem do tipo cryovac;
 - e) armazenamento sob refrigeração.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Alais, C. 1970. Ciencia de la Leche. CECSA, Barcelona, Espanha.
2. Albonico, F.; Kaderavek, G.; Volonterio, G. 1964. Ripening of Cheese. Riv. Latte. 20(1):38
3. Amerine, M.A.; Pangborn, R.M.; Boessler, E.B. 1965. Principles of Sensory Evaluation of Food. Academic Press, Nova York.
4. A.O.A.C. 1975. Official Methods of Analysis. 12^o ed. Association of Official Agricultural Chemists, Washington, D.C.
5. A.O.C.S. 1973. Official Methods of Analysis. 3^o ed. Vol. 1. American Oil Chemists Society. Washington, D.C.
6. Behmer, M.L.A. 1975. Tecnologia do Leite. 5^o ed. Livraria Nobel, S.P.
7. Bligh, E.G. & Dyer, W.J. 1959. A Rapid Method of Total Lipid Extraction and Purification. Can. J. of Biochem. and Physiol. 37(8): 911-17.
8. BNB/ETENE. 1971. Perspectivas de Desenvolvimento do Nordeste até 1980. Agricultura. Vol. 3. Fortaleza, CE.
9. Bonassi, I.A. 1977. Ácidos Graxos Livres Voláteis em Alguns Queijos Fabricados no Brasil. Anais do IV^o Congres

so Nacional de Laticínios, Juiz de Fora, M.G.

10. Bonelli, E.J. & McNair, H.M. 1968. Basic Gas Chromatography. 5ª ed. Varian Aerograph, California.
11. Castro Brown. 1936. Fabricação de Queijos. Ed. Técnica. R.J.
12. Cochran, W.G. & Cox, G.M. 1957. Experimental Designs. 2ª ed. Wiley, Nova York.
13. Costa, J.R. da. 1953. Fabricação de Requeijão. Bol. da CCPL. 60:213
14. Davis, J.G. 1965. Cheese. Basic Technology. Vol. 1. J. R. - Churchill Ltd, Londres.
15. _____ . 1968. Quality Control in the Food Industry. - Vol. 2. Academic Press, Nova York, Londres e S. Francisco.
16. Demeter, K.J. 1969. Lactobacteriologia. Acribia, Zaragoza, Espanha.
17. Diário Oficial do Estado de São Paulo. 21 de Outubro de 1978. nº 200. S.P.
18. Foster, E.M.; Nelson, F.E.; Speck, M.L.; Doetsch, R.N. & Olson, J.C. 1969. Dairy Microbiology. 13ª ed. Prentice Hall Inc, Englewood Cliffs, New Jersey.
19. Frazier, W.C. 1972. Microbiologia de los Alimentos. Editorial Acribia, Zaragoza.

20. Fujishima, T.; Ito, S.; Negishi, T.; Fujino, Y. 1970. Lipids in Cheese. I Composition of Lipids and Fatty Acids in Gouda Cheese. *Dai. Sci. Abst.* 33(5):404.
21. Furtado, M.M. Tecnologia da Fabricação de Queijos (apostila). Instituto de Laticínios "Cândido Tostes", Juiz de Fora, M.G.
22. Hammarstrand, K. 1966. Gas Chromatographic Analysis of Fatty Acids. Varian Aerograph, California
23. Harper, W.J. & Long, J.E. 1956. Italian Cheese Ripening. IV Various Free Amino and Fatty Acids in Commercial Provolone Cheese. *J. Dai. Sci.* 39: 129-37.
24. Hart, F.L. & Fisher, H.F. 1971. Modern Food Analysis. Spring-Verlag, Nova York.
25. Hausler, W.J. Jr. 1972. Standard Methods for the Examination of Dairy Products. 13^o ed. American Public Health Association, Nova York.
26. Hilditch, T.P. 1956. The Chemical Constitution of Natural Fats. Wiley, Nova York.
27. Hood, E.G. & Smith, K.N. 1951. Bacterial Spoilage in Process Cheese. *Sci. Agr.* 31: 520-40.
28. Hote-Baydart, E. 1967. Free Fatty Acids in Camembert-Type Cheese. *Dai. Sci. Abst.* 31(6):344.
29. Huyghebaert, A. & Hendrickx, H. 1970. Studies of Belgian

- Butterfat. I Introduction and Methods - Esterification.
Dai. Sci. Abst. 33(11):863.
30. IBGE. 1976, 1977 e 1978. Anuário Estatístico do Brasil.
Fundação Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística,
R.J.
31. Jay, J.M. 1973. Microbiologia Moderna de los Alimentos.
Editorial Acribia, Zaragoza, Espanha.
32. Kaderavek, G. & Saccinto, I. 1973. Fatty Acid Composition
of Processed Cheese. Latte. 47(2):97.
33. Keating, P.F. 1976. Principios Técnico Generales de la
Fabricación del Queso (Apostila). FAO, Valdivia, Chile.
34. Kosikowski, F. 1970. Cheese and Fermented Milk Foods. -
3ª ed. Edwards Brothers Inc, Ann Arbor, Michigan.
35. Kuzdal-Savoie, S. & Kuzdal, W. 1969-70. Analysis os Sterols
and the Control of Butter Adulteration. Dai. Sci. Abst.
33(6):448.
36. Lampert, L.M. 1975. Modern Dairy Products. 3ª ed. Chemical
Publishing, Nova York.
37. Larmond, E. 1970. Methods for Sensory Evaluation of Food.
Canada Department of Agriculture, Ottawa.
38. Leite, E. de A. 1978. Proteínas do Soro na Fabricação do
Queijo Minas. Tese de Mestrado. Faculdade de Engenharia
de Alimentos e Agrícola, UNICAMP, Campinas, S.P.

39. Lima, F.A. de.; Ribeiro, A.C.C., Ribeiro, H.A.V., Almeida, M.L. de. & Ramos, R.da C. 1975. Aspectos da Economia - Leiteira e da Indústria de Laticínios no Nordeste. - BNB/SUDENE, Ministério do Interior, Fortaleza, CE.
40. Macy, H.; Coulter, S.T. & Combs, W.B. 1932. Em Foster, E. "Dairy Microbiology". Cap. 14. 13ª ed. Prentice Hall - Inc, Englewood Cliffs, New Jersey.
41. Madsen, F., Tavares, W.A., Santos, E.C. dos, Rodrigues, R. & Rubinich, J, 1972. Práticas de Laboratório para a Inspeção Industrial de Leite e Laticínios (apostila). 3ª ed. Vol. 1. Escola de Veterinária, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, M.G.
42. Marshall, J. 1971. A Rapid Methods of Sampling Cheese for Bacteriological Analysis. Aust. J. Dai. Technol. 26(1): 6,7.
43. Mehlenbacher, V.C. 1960. The Analysis of Oils and Fats. The Garrard Press, Publishers, Champaign, Illinois.
44. Metcalf, L.D.; Schmitz, A.A. & Pelka, J.R. 1966. Rapid Preparation of Fatty acid Esters from Lipids for Gas Chromatographic Analysis. Anal. Chem. 38(4): 514-515.
45. Moraes, M.A.C. 1978. Métodos para Avaliação Sensorial de Alimentos. Faculdade de Engenharia de Alimentos e Agrícola, UNICAMP, Campinas, S.P.
46. Newlander, J.A. & Atherton, H.V. 1964. The Testing and

Chemistry of Dairy Products. 3^o ed. The Olsen Publishing Co., Milwaukee, Wisconsin.

47. Nieuwenhof, F.P.J. & Hup, G. 1971. Gas Chromatographic - Determination of Free Fatty Acids in Cheese. *Dai. Sci. Abst.* 34(1):93.
48. Parodi, P.W. 1970. Fatty Acid Composition of Australian - Butter and Milk Fats. *Aust. J. Dai. Technol.* 25(4) 200-05.
49. _____. 1973. Detection of Synthetic and Adulterated But - terfat. IV GLC Triglyceride Analysis. *Aust. J. Dai. Technol.* 28(1): 38-42.
50. Patton, S. 1962. Dairy Products. Em "Symposium on Foods: Lipids and Their Oxidation". Cap. 10. The Avi Publishing Westport, Connecticut.
51. Pearson, D. 1976. The Chemical Analysis of Foods. 7^o ed. - Chemical Publishing Co, Nova York.
52. _____. 1976. Técnicas de Laboratório para el Analisis - de Alimentos. Editorial Acribia, Zaragoza, Espanha.
53. Pereira, J.A.G. 1975. Salga na Massa para o Queijo Tipo - Prato: Tese de Mestrado. Faculdade de Engenharia de Ali - mentos e Agrícola, UNICAMP, Campinas, S.P.
54. Peres, P.B. 1942. O Requeijão. *Bahia Rural.* 935: 127-133.
55. Petersen, E.L. 1975. Notas sobre la Evaluacion del Queso y Texto Explicativo de Diapositivos sobre Defectos em Quesos (apostila) FAO, Valdivia, Chile.

56. Ponce, I.P. & Piñeyro, E.L. 1974. Queijos e Leites Fermentados (apostila). Fundação Centro Tropical de Pesquisas e Tecnologia de Alimentos, Campinas, S.P.
57. Ribeiro, J.A. 1947. O Genuíno Requeijão do Nordeste. Bol. do Leite. 3: 13-16.
58. _____. 1950. Vamos Fazer Requeijão? Bol. da C.C.P.L. - 21: 281-2.
59. _____. 1952. Geografia da Produção Leiteira Nacional. Bol. do Leite. 55:4-5.
60. _____. 1952. Indústria Leiteira no Rio Grande do Norte. Bol. do Leite. 62:5-7.
61. _____. 1952. Indústria Leiteira no Nordeste. Bol. do Leite. 60: 3-11.
62. _____. 1961. Fabricação de Queijos. Serviço de Informação Agrícola, Ministério da Agricultura, Brasília, D.F.
63. RIISPOA. 1962. Regulamento de Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal. Serviço de Informação Agrícola, Ministério da Agricultura, Brasília, D.F.
64. Sanders, G. 1953. Cheese Varieties and Descriptions. Requeijão (Separata). Division of Dairy Products Research, - Agricultural Research Administration, Washington, D.C.
65. Sandoval, L.A., Schafftann, T.Z. & Kano, K. 1969. Ensaios com o Novo Agente de Origem Microbiana "Meito Rennet" -

na Tecnologia de Fabricação de Queijos (Separata). Casa Tozan, S.P.

66. Sheppard, A. & Iverson, J.L. 1975. Esterification of Fatty Acids for Gas-Liquid Chromatographic Analysis. J. of Chromat. Sci. 13:448-51.
67. Slater, C. 1969. Market Processes in the Recife Area of Northeast Brazil. Research Report nº 2. Latin American Studies Center/SUDENE, Michigan.
68. Souza, E.A. de. 1960. Tecnologia de Fabricação de Queijos (apostila). Instituto de Laticínios "Cândido Tostes" , Juiz de Fora, M.G.
69. Spreer, F. 1975. Lactologia Industrial. Editorial Acribia, Zaragoza, Espanha.
70. Strocchi, A. & Holman, R.T. 1971. Analysis of Butterfat. Riv. Ital. Sostanze Grasse. 48(12): 617-622.
71. Vanbelle, M. ; Vervack, W. & Foulon, M. 1978. Composition en Acides Gras Supérieurs de Quelques Types de Fromages Consommés en Belgique. Le Lait. 575, 576: 246-60.
72. Veisseyre, R. 1972. Lactologia Técnica. Editorial Acribia, Zaragoza, Espanha.
73. Wandeck, E.A. 1973. Ácidos Graxos Livres durante a Maturação de Queijos Brasileiros. Rev. Inst. Latic. "Cândido Tostes". 28:1-8.

74. Which? (Report on Cheeses). 1961. Consumer's Association.
Em Pearson, D. "The Chemical Analysis of Foods". 7th ed.
Chemical Publishing Co, Nova York.
75. Woollen, A. 1969. Food Industries Manual. 20th ed. Leonard
Hill, Londres.

Apêndice 1 - Composição de Ácidos Graxos da Manteiga e de Óleos Vegetais Disponíveis no Nordeste (75).

Ácidos graxos	Manteiga	Babaçu	Côco	Milho	Algodão	Amendoim	Soja
Butírico C ₄	3						
Caproico C ₆	1		x				
Caprilico C ₈	1	6	6				
Cáprico C ₁₀	3	4	6		x		
Láurico	4	45	44		x		
Lauroleico C ₁₂							
Mirístico	12	17	18		1	x	x
Miristoleico C ₁₄	2				x		
Palmítico	29	9	11	13	29	6	11
Palmitoleico C ₁₆	4				2	x	
Esteárico	11	3	6	4	4	5	4
Oleico	25	13	7	29	24	61	25
Linoleico	2	3	2	54	40	22	51
Linolenico C ₁₈			x			x	9
Araquídico	2			x	x	2	x
Araquidônico	1						

x - traços.