

## PERCENTUAL DE CRISTALIZAÇÃO DA LACTOSE EM CRISTALIZADOR DE BANCADA DE SORO DE LEITE CONCENTRADO<sup>1</sup>

Percentage of lactose crystallization in whey concentrate by lab-scale crystallizer

João Pablo Fortes PEREIRA<sup>2</sup>

Ítalo Tuler PERRONE<sup>3</sup>

Gisela de Magalhães MACHADO<sup>4</sup>

Isis Rodrigues Toledo RENHE<sup>5</sup>

Danielle Braga Chelini PEREIRA<sup>6</sup>

### SUMÁRIO

É notório o crescimento na exportação de lácteos no Brasil nos últimos anos, sendo os produtos concentrados e desidratados destaques em volume de vendas, embora a importação de alguns destes, como o soro em pó, ocorra em grande quantidade. Devido à falta de dados, parâmetros de processo e de literatura específica sobre tecnologia, composição e durabilidade, há dificuldade de elevação da qualidade e aplicação dos regulamentos técnicos. No presente trabalho foi avaliada a cristalização da lactose em três amostras de soro concentrado a 50% m/m de sólidos lácteos, a partir da diluição de soro em pó. Após diluição, o soro concentrado foi cristalizado à temperatura de 25°C em cristalizador de bancada adaptado. Adicionou-se 0,1% m/m de soro em pó, que atuou como núcleos de cristalização. Os teores de sólidos solúveis na mistura foram obtidos por leitura da amostra em refratômetro a cada 20 minutos para que pontos da curva fossem obtidos. Visualizações microscópicas foram realizadas, após a dissolução do soro em pó no intuito de verificar a presença ou ausência de cristais de lactose à solução após sua preparação. Para determinação do percentual de cristalização foi utilizada a fórmula sugerida por Westergaard (1994). Após a dissolução do soro em pó, foram observados cristais de lactose ao microscópio, indicando que o processo de cristalização iniciou-se espontaneamente. Ocorreu, no início do experimento (0 – 180 minutos), acelerado abaixamento no teor de sólidos solúveis e acelerada taxa de cristalização. Após este período ocorreu abaixamento lento no teor de sólidos solúveis e lenta taxa de cristalização.

**Termos para indexação:** Cristalização da Lactose; Soro Concentrado; Laticínios;

### 1 INTRODUÇÃO

O crescimento na exportação de lácteos no Brasil é fato notório nos últimos anos, sendo os produtos lácteos concentrados e desidratados os destaques em volume de vendas.

O leite em pó modificado vem apresentando saldos positivos na balança comercial brasileira, entretanto a importação de alguns lácteos desidratados, como o soro em pó, ocorre em grande quantidade. Há dificuldades na produção, para a elevação da qualidade e para

1. Parte integrante do projeto APQ 00499-08, financiado pela FAPEMIG.
2. Estudante de Farmácia da UFJF e Bolsista BIC pela FAPEMIG na EPAMIG/CEPE/ILCT. joapablo\_fp@yahoo.com.br \* Autor para correspondência.
3. Químico, Mestre em Ciência dos Alimentos, Pesquisador e Professor da EPAMIG/ILCT. Rua Tenente Freitas, 116, Juiz de Fora – MG. Tel: 32-32243116. italo.perrone@epamig.br
4. Engenheira de Alimentos, Pesquisadora e Professora da EPAMIG/ILCT. Rua Tenente Freitas, 116, Juiz de Fora – MG. Tel: 32-32243116. giselammachado@epamig.br
5. Engenheira de Alimentos, Mestre em Ciência e Tecnologia de Alimentos, Pesquisadora e Professora da EPAMIG/ILCT. Rua Tenente Freitas, 116, Juiz de Fora – MG. Tel: 32-32243116. isis@epamig.br
6. Farmacêutica Bioquímica, Mestre em Ciência dos Alimentos, Pesquisadora e Professora da EPAMIG/ILCT. Rua Tenente Freitas, 116, Juiz de Fora – MG. Tel: 32-32243116. danielle@epamig.br

a aplicação dos regulamentos técnicos devido à falta de dados, parâmetros de processo e de literatura específica sobre tecnologia, composição e durabilidade. Por outro lado, ocorre um aumento no interesse do processamento do soro em pó pelas indústrias brasileiras, visando os mercados nacional e internacional. Ao mesmo tempo o não aproveitamento do soro pelos laticínios implica em um desperdício de sólidos lácteos e impactos ambientais (MDIC, 2010).

Entende-se por soro em pó o produto obtido por desidratação do soro ou do soro ácido apto para a alimentação humana, mediante processos tecnologicamente adequados (CODEX ALIMENTARIUS, 2005).

O método de secagem é o principal método de conservação de lácteos, pois a utilização de técnicas modernas possibilita a conversão do soro em soro em pó com mínimas perdas nutricionais. O processo de secagem de lácteos implica na formação de lactose no estado amorfo que é altamente higroscópica (KNIPSCHILDT & ANDENSEN, 1994). Segundo Hynd (1980) o soro em pó possui a tendência de absorver água do ar ambiente, acarretando empedramento do produto durante o armazenamento e a substituição de parte da lactose amorfa por lactose cristalina. De acordo com Fox & McSweeney (1998), no intuito de aumentar o prazo de conservação do soro em pó deve-se realizar controle da acidez do soro, da cristalização da lactose e da temperatura do ar de saída câmara de secagem. As curvas de sorção, conforme Joupila & Roos (1994), são drasticamente afetadas pela presença de lactose na forma amorfa.

O dissacarídeo lactose é o predominate e mais importante carboidrato do leite, no qual existem, também, concentrações muito baixas de outros monossacarídeos, incluindo glicose e galactose, oligossacarídeos neutros e ácidos e carboidratos ligados a peptídeos e proteínas (ROBINSON, 1981).

De acordo com Fennema (1996), a concentração de lactose no leite varia conforme a origem entre 2,0 a 8,5%. O leite de vaca contém, rotineiramente, maior quantidade de

lactose do que qualquer outro componente sólido, apresentando uma concentração quase constante entre 45 a 50 g/L (WALSTRA & JENNESS, 1984). A Figura 1 mostra os isômeros da lactose.

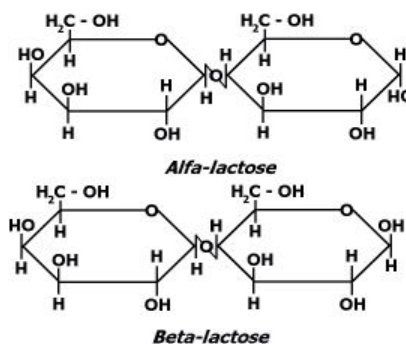


Figura 1. Estrutura química dos isômeros da lactose.

Segundo Bobbio & Bobbio (1992), a solubilidade média da lactose a 20 °C é de 20 g/100 g água, enquanto que a solubilidade da glicose é de 107 g/100 g água e da galactose é 50 g/100 g água.

Os açúcares que possuem átomos de carbono assimétricos são opticamente ativos, suas soluções desviam o plano de vibração da luz polarizada que os atravessa. A alfa lactose e a beta lactose diferem em sua rotação específica. Uma solução recém preparada de qualquer uma delas mudará sua rotação com o passar do tempo à medida que tem lugar o equilíbrio com a outra forma. A lactose pode ocorrer em duas formas cristalinas nos produtos lácteos, -hidratada e -anidra, ou como uma mistura vítrea amorfa de alfa e beta lactose. A forma estrutural da -lactose pode ser convertida na forma estrutural beta por meio da mudança na posição da hidroxila e do hidrogênio no grupo redutor. Esta mudança na rotação e a transformação em solução de uma forma na outra é denominada mutarrotação.

As frações de alfa e beta lactose possuem solubilidades distintas e a mutarrotação torna-se um fator importante na cristalização (HOLSINGER, 1997).

Geralmente, a  $\alpha$ -lactose cristaliza como hidrato, contendo quantidades equimolares de lactose e água, sendo seus cristais bastante duros e não higroscópicos (WALSTRA & JENNESS, 1984). Os mesmos autores afirmam que, a temperatura ambiente, a  $\alpha$ -lactose anidra se dissolve mais rapidamente que o hidrato de  $\alpha$ -lactose e sua solubilidade é aproximadamente dez vezes maior, sendo seus cristais menores, mas com uma maior área superficial.

De acordo com Walstra et al. (2001), a evaporação do leite e do soro é aplicada com as seguintes finalidades:

- 1) elaborar produtos concentrados como leite evaporado, leite condensado e iogurte concentrado;

- 2) como uma etapa intermediária na fabricação de produtos lácteos em pó, visto que a eliminação da água por evaporação requer um consumo energético muito menor do que a eliminação da água por dessecação;

- 3) para produzir lactose a partir da recristalização do soro.

O leite e os produtos lácteos são concentrados eliminando a água, sendo empregado este método para aumentar a vida útil dos produtos concentrados e para diminuir seu volume (WALSTRA & JENNESS, 1984).

Segundo Walstra et al. (2001), são as seguintes, as modificações produzidas no soro de leite como conseqüências da concentração:

- 1) diminuição da atividade de água;
- 2) aumento da higroscopicidade;
- 3) mudanças no equilíbrio salino;
- 4) modificação na conformação das proteínas;

- 5) aumento da pressão osmótica, diminuição do ponto crioscópico, aumento do ponto de ebulição, da condutividade elétrica, da densidade e do índice de refração;

- 6) aumento da viscosidade.

O soro em pó, quando obtido sem prévia cristalização, é um pó muito fino, higroscópico e com grande tendência ao empedramento, o que se deve a presença de lactose em um estado vítreo/amorfo (MASTERS, 2002).

De acordo com Knipschildt & Andersen (1994), a cristalização do soro concentrado pode ser realizada pela adição de núcleos de cristalização (lactose microcristalina ou soro em pó), mediante agitação e controle da temperatura.

O desenvolvimento de parâmetros cientificamente embasados para o processamento do soro em pó é fundamental para um maior desenvolvimento da indústria nacional de Concentrados e Desidratados, contribuindo para uma maior competitividade destas indústrias nos mercados internos e externos, bem como o melhor aproveitamento do soro (MDIC, 2010).

O objetivo deste trabalho é descrever a taxa de cristalização da lactose em soro concentrado por meio de cristalizador de bancada a temperatura constante.

## 2 MATERIAL E MÉTODOS

Foram preparadas 3 amostras de soro concentrado a 50% m/m de sólidos lácteos, a partir da diluição de soro em pó (soro, oriundo da fabricação de queijos, em pó comercial não desmineralizado empacotado em embalagens com 25 kg de capacidade da marca Germinal®).

A diluição constou de ajuste, através de cálculos, da massa de soro em pó a ser adicionado; pesagem do soro em pó e da massa de água destilada; aquecimento da água destilada a  $95^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ ; adição lenta da água quente sobre o soro em pó sob agitação mecânica manual complementada por agitação mecânica com o uso de liquidificador marca Tepron® por 5 minutos. Após diluição, o soro concentrado foi transferido para bêquer e colocado em banho-maria digital marca Sieger® modelo "stern 6" ajustado para  $25^{\circ}\text{C}$  e acoplado ao cristalizador de bancada adaptado, que consta de um agitador de aço inox com controle de rotação. Após a amostra atingir  $25^{\circ}\text{C}$ , foi adicionado 0,1% m/m de soro em pó para que estes se comportassem como núcleos de cristalização, sendo então a amostra agitada a 180 rpm.

Os teores de sólidos solúveis na mistura foram obtidos por leitura da amostra em refratômetro digital marca Reichert® modelo AR200 a cada 20 minutos até tempo total de 280 minutos para que pontos da curva pudessem ser obtidos, sendo o primeiro ponto (tempo 0 minutos) determinado antes da adição dos núcleos de cristalização. O percentual de umidade/sólidos totais por gravimetria (IDF, 2004) e o teor de lactose por método Cloramina T (WOLFSCHOON-POMBO et al., 1982) do soro em pó foram determinados para o uso no cálculo de diluição e obtenção do percentual de cristalização da lactose, respectivamente. Visualizações microscópicas foram realizadas, em microscópio óptico marca Nova® modelo 107, após a dissolução do soro em pó na água destilada aquecida, no intuito de verificar a presença ou ausência de cristais de lactose à solução logo após sua preparação.

Para determinação do percentual de cristalização foi utilizada a fórmula sugerida por Westergaard (1994).

$$\% \text{ cristalização} = \frac{B_1 - B_2}{L \times \text{EST}} \times 9500 \times 100$$

onde:

$B_1$  = °Brix inicial (tempo 0)

$B_2$  = °Brix final (após cristalização)

L = % de lactose no Extrato Seco Total

EST = % de Extrato Seco Total

A análise estatística dos resultados foi conduzida por intermédio do software Microgal Origin 5.0 (1997).

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados das análises físico químicas são apresentados na Tabela 1.

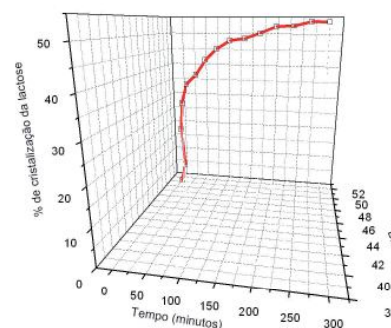
Após a dissolução do soro em pó em água destilada quente ( $95^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ ) foram observados cristais de lactose ao microscópio, ou seja, mesmo antes do início da etapa de cristalização na bancada, o processo iniciou-se espontaneamente, portanto o percentual de cristalização apresentado no Gráfico 1 é aparente e considera apenas o surgimento

**Tabela 1.** Composição centesimal do soro de leite em pó utilizado como matéria prima para dissolução a 50% de sólidos lácteos (soro concentrado).

Componente	Teor
Sólidos Lácteos	93,61 % m/m
Umidade *	6,39 % m/m
Lactose	71,42 % m/m
Demais Sólidos Lácteos *	22, 19 % m/m

\* calculado por diferença

de cristais após a adição dos núcleos de cristalização (0,1% m/m de soro em pó), desconsiderando a cristalização inicial (espontânea).



**Gráfico 1** Comportamento cinético de formação de cristais de lactose em soro de leite concentrado durante a cristalização de bancada utilizando 0,1% m/m de soro de leite em pó como núcleos de cristalização a  $25^\circ\text{C}$  de temperatura.

O Gráfico 1 demonstra o comportamento da cinética de cristalização medida através de alterações nas medições, em refratômetro, do teor de sólidos solúveis em função do tempo durante a cristalização induzida realizada em temperatura controlada ( $25^\circ\text{C}$ ). Concomitantemente, demonstra o comportamento do percentual de cristalização dos experimentos durante a etapa de cristalização do soro de leite concentrado a 50% de sólidos lácteos realizada em bancada utilizando soro de leite em pó como núcleo de cristalização. Observou-se o acelerado abaixamento no teor de sólidos solúveis no início do experimento (0 – 180 minutos) e lento abaixamento deste

teor no decorrer do experimento, o qual tende a uma estabilização. O abaixamento do teor de sólidos solúveis ocorre devido à transição do estado físico das moléculas de lactose que passa de solúvel a cristal.

Percebeu-se, também, uma acelerada taxa de cristalização no mesmo período de tempo (0 – 180 minutos) e lenta taxa de cristalização no decorrer do experimento, a qual também tende a estabilizar-se. Este comportamento é explicado por uma supersaturação de lactose solúvel no início da etapa de cristalização, a qual ao cristalizar diminui a saturação do açúcar na solução, diminuindo a velocidade de cristalização (MACCABE et al., 1993; WALSTRA et al., 2001).

Na Tabela 2 são apresentadas as equações que relacionam as variáveis tempo, porcentagem de cristalização e teor de sólidos solúveis.

Utilizando a equação II, é possível o controle do percentual de cristalização, a 25°C, do soro de leite concentrado a 50% de sólidos lácteos (y), utilizando como parâmetro o fator tempo (x).

A equação III foi calculada a partir do estudo da relação entre ° Brix e percentual de cristalização da lactose.

#### 4 CONCLUSÕES

Foram observados cristais de lactose antes do início da etapa de cristalização induzida em bancada, sendo o teor de cristalização apresentado no Gráfico 1 aparente por

considerar apenas o surgimento de cristais após a adição dos núcleos de cristalização.

Ocorreu acelerado abaixamento no teor de sólidos solúveis no início do experimento (0 – 180 minutos) e lento abaixamento deste teor no decorrer do experimento, o qual tende a uma estabilização.

Ocorreu uma acelerada taxa de cristalização no início do experimento (0 – 180 minutos) e lenta taxa de cristalização no decorrer do experimento, a qual também tende a estabilizar-se.

A obtenção de três equações matemáticas possibilitou a correlação entre as variáveis tempo, teor de sólidos solúveis (°Brix) e percentual de cristalização da lactose.

#### SUMMARY

It is noticeable the export growth of dairy products in Brazil in recent years, where concentrated and dehydrated products have great importance in sales volume, although the importation of some of these, as whey powder, still occurs in large quantities. Due to lack of data, process parameters and specific literature on technology, composition and durability, there is difficulty in quality increase and application of technical regulations. In the present study was to evaluate the crystallization of lactose in three samples of whey concentrated to 50% w/w milk solids from the dilution of whey powder. After dilution, the whey concentrate was crystallized at a temperature of 25 °C in

**Tabela 2.** Equações matemáticas resultante do estudo da cristalização do soro de leite concentrado utilizando cristalizador de bancada

Tipo de relação estudada	Equação	Equação e coeficiente de correlação
Relação entre tempo (minutos) (x) e ° Brix (y)	I	$y = 0,0002x^2 - 0,1055x + 50,956$ $R^2 = 0,9799$
Relação entre tempo (minutos) (x) e % de cristalização da lactose (y)	II	$y = -0,0011x^2 + 0,4831x + 3,4298$ $R^2 = 0,9673$
Relação entre ° Brix (x) e % de cristalização da lactose (y)	III	$y = -4,3746x + 226,85$ $R^2 = 0,996$

A utilização da equação I permite determinar o tempo (x) para se atingir o ° Brix (y) desejado, o que possui importante aplicação industrial, visto que a medição do teor de sólidos solúveis em ° Brix é a forma amplamente utilizada para controle da cristalização da lactose em soro de leite concentrado.

adapted lab-scale crystallizer. It was added 0.1% w/w of whey powder, which had the hole of crystallization nuclei. The measure of soluble solids in the mixture were realized by reading the samples every 20 minutes using a refractometer so that the curve was obtained. Microscopic analysis were conducted after the dissolution of the whey powder in order to verify the presence or absence of lactose crystals in the solution after its preparation. To determine the percentage of crystallization, it was used the formula suggested by Westergaard (1994). After the dissolution of whey powder, lactose crystals was observed under the microscope what indicates that the crystallization process began spontaneously. At the beginning of the experiment (0-180 minutes), there was an accelerated decrease in the amount of soluble solids and in the rate of crystallization. After this period, it occurred a slowly decrease in the soluble solids content and in the crystallization rate.

**Index terms:** Crystallization of Lactose; Whey Concentrated; Dairy Products;

#### AGRADECIMENTOS

À FAPEMIG pelo financiamento do projeto APQ 00499-08, pela concessão da Bolsa de Iniciação Científica concedida ao primeiro autor e Bolsa de Incentivo à Pesquisa e ao Desenvolvimento Tecnológico concedida ao segundo, quarto e quinto autores.

#### 5 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BOBBIO, F. O.; BOBBIO, P. A. **Introdução à química de alimentos**. 2. ed. São Paulo: Varela, 1992. 151 p.

**Codex Alimentarium** - CODEX STAN A-15-1995, Ver.1-2005. Disponível em: <[www.inmetro.gov.br/credenciamento/palestras/RegulamentacaoTecnica.pdf](http://www.inmetro.gov.br/credenciamento/palestras/RegulamentacaoTecnica.pdf)>. Acesso em: 09/03/2008.

MDIC - **Ministério do Desenvolvimento, Indústria e Comércio Exterior**. Disponível em: <[www.desenvolvimento.gov.br](http://www.desenvolvimento.gov.br)>. Acesso em: 09/07/2010.

FENNEMA, O. R. Food chemistry. 3. ed. New York: Marcel Dekker, 1996. p. 157-223.

FOX, P. F.; McSWEENEY, P. L. H. **Dairy Chemistry and Biochemistry** 1ed. London: Thomson Science, 1998. 461p.

HYND, J. Drying of whey. **Journal of The Society of Dairy Technology**, Wembley, v.33, n.2, p.52-55, apr.1980.

HOLSINGER, V. H. Physical and chemical properties of lactose. In: FOX, P. F. **Advanced dairy chemistry**. 2. ed. London: Chapman & Hall, 1997. v. 3, p. 1-38.

INTERNATIONAL DAIRY FEDERATION. **Dried milk and dried milk products. Determination of total solids content**. Brussels, 26:2004.

JOUPPILA, K.; ROOS, Y. H. Water Sorption and Time-Dependent Phenomena of Milk Powders. **Journal of Dairy Science**, Champaign, v.77, p.1798-1808, fev. 1994.

KNIPSCHILD, M. E.; ANDERSEN, G. G. In: ROBINSON, R. K. **Advances in Milk Processing**, London: Chapman & Hall, 1994. v.1, p159-254.

MASTERS, K. **Spray Drying in Practices**. Denmark: SprayDryConsult International ApS, 2002. 464 p.

MACCABE, W. L.; SMITH, J. C.; HARRIOTT, P. **Unit operations of chemical engineering**. 5. ed. New York: McGraw-Hill, 1993. 1130 p.

MICROGAL ORIGIN 5.0, versão 1.0.0.1: Microgal Software, Inc. United States, 1997.

- ROBINSON, R. K. **Dairy microbiology: the microbiology of milk.** London: Applied Science Publishers, 1981. 258 p.
- WALSTRA, P.; JENNESS, R. **Química y física lactológica.** Zaragoza: Editorial Acribia, 1984. 423 p.
- WALSTRA, P.; GEURTS, T. J.; NOOMEN, A.; JELLEMA, A.; BOEKEL, M. A. J. S. **Ciência de la leche y tecnología de los productos lácteos.** Zaragoza: Editorial Acribia, 2001. 729 p.
- WESTERGAARD, V. **Milk powder Technology Evaporation and Spray Drying.** Copenhagen: Niro A/S, 1994. 156 p.
- WOLFSCHOON-POMBO, A.; CASAGRANDE, M. Determinação simultânea de lactose e sacarose em doce de leite. **Revista do Instituto de Laticínios Cândido Tostes**, Juiz de Fora, v. 37, n. 222, p. 3-7, 1982.