

**Artigo****ISOTERMAS DE SORÇÃO E CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DE LÁCTEOS DESIDRATADOS****Sorption isothermes and physicochemical characterization of dried milk products***Ítalo Tuler PERRONE <sup>1\*</sup>**Isis Rodrigues Toledo RENHE <sup>2</sup>**Danielle Braga Chelini PEREIRA <sup>3</sup>**Paulo Henrique Fonseca da SILVA <sup>4</sup>**Antônio Fernandes de CARVALHO <sup>5</sup>***RESUMO**

O objetivo deste trabalho foi determinar a composição centesimal, construir as isotermas a 25 °C e aplicar o modelo de BET para leite em pó instantâneo integral (LPI), leite em pó instantâneo desnatado (LPD), leite em pó semidesnatado (LPSD), soro em pó integral pré-cristalizado por nucleação primária (SPNP), soro em pó integral pré-cristalizado por adição de 0,05 % m/m de lactose (SP0,05) e soro em pó pré cristalizado por adição de 0,1 % m/m de lactose (SP0,1). As isotermas dos lácteos desidratados estudados se ajustaram ao modelo de BET e os teores de umidade estão acima dos calculados para a monocamada. A massa de água na monocamada calculada pelo modelo de BET apresenta correlação negativa ( $p=0,026$ ) estaticamente significativa com os teores de gordura dos pós. A diferença de entalpia de adsorção entre as moléculas de água na monocamada e no solvente puro apresentou correlação positiva estatisticamente significativa com os teores de lactose ( $p=0,001$ ) e correlação negativa com os teores de umidade dos pós ( $p=0,005$ ).

**Palavras-chave:** lactose; cristalização; BET.

**SUMMARY**

The aim of this study was to determine the composition, establish the isotherms at 25 °C and apply the BET model for instant whole milk powder (LPI), instant skim milk powder (SMP), half skim milk powder (LPSD), pre-crystallized whole whey by primary nucleation (SPNP), pre-crystallized whole whey by adding 0.05% w / w of lactose (SP0, 05) and pre-crystallized whole whey by adding 0.1% w / w lactose (SP0,1). The Brunauer, Emmett and Teller (BET) model was utilized for analysis of the experimental data. Isotherms of the dried milk products evaluated were fitted to

- 1 Doutor. Professor Adjunto do Departamento de Tecnologia de Alimentos, Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, Minas Gerais, Brasil. E-mail: italo.perrone@ufv.br
  - 2 Mestre. Pesquisadora da EPAMIG/ Instituto de Laticínios Cândido Tostes, Juiz de Fora, Minas Gerais, Brasil. E-mail: isis@epamig.br
  - 3 Doutora. Pesquisadora da EPAMIG/ Instituto de Laticínios Cândido Tostes, Juiz de Fora, Minas Gerais, Brasil. E-mail: danielle@epamig.br
  - 4 Doutor. Professor da Universidade Federal de Juiz de Fora, Juiz de Fora, Minas Gerais, Brasil. E-mail: paulo.henrique@ufjf.edu.br
  - 5 Doutor em Sciences et Techniques des Industries Agricoles et Alimentaire. Professor do Departamento de Tecnologia de Alimentos, Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, Minas Gerais, Brasil. E-mail: antoniofernandes@ufv.br
- \* Autor para correspondência: Universidade Federal de Viçosa (UFV). Departamento de Tecnologia de Alimentos. Avenida Peter Henry Rolfs S/N, Campus Universitário, Viçosa, Minas Gerais, Brasil. CEP 36571-000. E-mail: italo.perrone@ufv.br

**Recebido / Received:** 17/12/2012

**Aprovado / Approved:** 10/10/2013

the BET model and the moisture contents were higher than those calculated for the monolayer. Water mass in the monolayer calculated by the BET model presented a statistically significant negative correlation ( $p=0.026$ ) with the fat concentrations. The difference between enthalpy of adsorption in the monolayer and enthalpy of water condensation between water molecules in the monolayer and in the pure solvent presented statistically significant positive correlations with the concentrations of lactose ( $p=0.001$ ) and negative correlations with moisture content ( $p=0.005$ ).

**Keywords:** lactose; crystallization; BET.

## 1 INTRODUÇÃO

As isotermas de sorção descrevem a relação entre a quantidade e a atividade de água em um alimento, podendo apresentar diferentes formatos dependentes da natureza do alimento. Essas isotermas são influenciadas pela temperatura, grau de cristalinidade, pela distribuição do tamanho das partículas do pó e pela presença de moléculas higroscópicas (MATHLOUTHI; ROGE, 2003; SCHUCK et al., 2004; PERRONE et al., 2012).

A secagem de soro é um desafio e uma necessidade para a indústria de lácteos concentrados e desidratados, contudo fatores como pH, concentração de sódio, teor de lactose amorfa e condições de secagem no spray dryer afetam as isotermas de sorção deste produto e consequentemente suas propriedades durante a estocagem e armazenamento (SCHUCK et al., 2004; PERRONE et al., 2011; CLARK et al., 2012; HOGAN; O'CALLAGHAN, 2012; JELEN, 2012).

A equação de Brunauer, Emmett e Teller (BET) é empregada para diversos tipos de alimentos e apresenta duas constantes, a constante relativa à quantidade de água da monocamada e constante de energia (Timmermann et al., 2001). Trabalhos mostram que as isotermas de lácteos como leites em pó destinados a alimentação infantil, soro em pó, leite em pó e leite em pó delactosado podem ser descritas pelo modelo de BET (GUERRA et al., 2005; CARTER; SCHMIDT, 2012; PERRONE et al., 2012; PRASAD; AGRAWAL, 2012).

A secagem de soro é limitada pelo aparecimento de diversos problemas como a aderência dos pós nos equipamentos e o empedramento do produto final, que estão associados à presença da lactose no estado amorfo. A cristalização da lactose anteriormente a secagem é o mais importante fator a ser controlado para a secagem de soro e de seus derivados (SCHUCK et al., 2004). A pré-cristalização do soro anteriormente a secagem impacta no aumento da temperatura de aderência do pó obtido e consequente torna o produto mais estável ao armazenamento, o que é feito por meio da concentração do soro em evaporadores a vácuo (50-60% de sólidos totais), seguido da adição de núcleos de cristalização, resfriamento e agitação (WESTERGAARD, 2001; PERRONE et al., 2011).

O objetivo deste trabalho foi determinar a composição centesimal, construir as isotermas a 25 °C e

aplicar o modelo de BET para leite em pó instantâneo integral (LPI), leite em pó instantâneo desnatado (LPD), leite em pó semidesnatado (LPSD), soro em pó integral pré-cristalizado por nucleação primária (SPNP), soro em pó integral pré-cristalizado por adição de 0,05 %  $m \times m^{-1}$  de lactose (SP0,05) e soro em pó pré-cristalizado por adição de 0,1 %  $m \times m^{-1}$  de lactose (SP0,1).

## 2 MATERIAL E MÉTODOS

Neste trabalho foram determinadas as isotermas de sorção de 6 lácteos desidratados, a saber: leite em pó integral instantâneo (LPI), leite em pó desnatado instantâneo (LPD), leite em pó semidesnatado (LPSD), soro em pó cristalizado por nucleação primária (SPNP), soro em pó cristalizado por adição de 0,05 % de lactose (SP0,05) e soro em pó cristalizado por adição de 0,1 % de lactose (SP0,1). Os leites em pó foram adquiridos em supermercados de Juiz de Fora, enquanto que os soros foram produzidos no Instituto de Laticínios Cândido Tostes, localizado na mesma cidade.

Empregou-se um evaporador a placas marca APV modelo Júnior para a concentração do soro a  $57 \pm 2$  °Brix, consoante de 3 fabricações para cada tratamento. Após a concentração o soro foi resfriado a 30 °C e transferido para cristalizador industrial onde foi mantido por 210 minutos, submetido à agitação constante de 70 rotações por minuto e a temperatura ambiente. Ao sair do cristalizador o soro foi mantido a 4°C por 12 horas antes do processo de secagem, realizado em spray dryer de único estágio modelo Production Minor da marca NIRO. Durante a secagem a temperatura do ar de entrada foi controlada em 200°C e a de saída em 85°C, com tolerância de 5°C para mais e para menos. As temperaturas foram controladas por meio do sistema de aquecimento do ar e pela variação da vazão de produto que alimentava o atomizador. As isotermas foram construídas a partir do equilíbrio entre os leites e soros desidratados e soluções de sais com atividade de água conhecida. Os sais e as respectivas atividades de água (aw) das soluções saturadas empregadas foram: LiCl(0,113), MgCl<sub>2</sub> (0,331), K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (0,432), Mg(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> (0,544) e NaCl (0,755). O equilíbrio foi alcançado por meio da determinação da massa constante após 21 dias a temperatura média de 25 °C. Empregou-se o equipamento Aqualab Série 3 para determinação da atividade de água das soluções salinas e dos produtos desidratados.

O teor de umidade foi determinado pelo método Karl-Fisher, pois foi considerado o método que apresenta melhor reprodutibilidade para determinação da umidade em lácteos desidratados, principalmente os que possuem lactose cristalizada (WESTERGAARD, 2001; FURMANIAK et al., 2009). As análises de teor de proteínas, lactose e gordura foram realizadas segundo Pereira et al. (2001). Os dados obtidos foram ajustados ao modelo proposto por Brunauer, Emmett e Teller (BET), equação número 1 expressa por:

$$\frac{aw}{m(1-aw)} = \frac{C_b-1}{m_1 C_b} aw + \frac{1}{m_1 C_b} \quad (1)$$

Sendo: aw = valor da atividade de água da solução salina, m = massa de água em gramas por massa de sólidos em gramas,  $C_b$  = constante de energia de BET,  $m_1$  = massa de água em gramas por massa de sólidos em gramas na região da monocamada.

Empregando o método dos mínimos quadrados para os dados experimentais, ao estabelecer que os valores de Y foram representados pela equação 2.

$$\frac{aw}{m(1-aw)} = Y \quad (2)$$

Os valores de X foram representados por aw. O valor da constante  $C_b$  é igual a equação 3.

$$\frac{\Delta H}{e^{R/T}} = C_b \quad (3)$$

O que implica na equação (4)

$$\Delta H = R \cdot T \cdot \ln C_b \quad (4)$$

Sendo R a constante dos gases ideais (8,314 J×(mol·K)<sup>-1</sup>), T é a temperatura na escala Kelvin e DH é a diferença de entalpia entre as moléculas de água no estado puro e na monocamada na temperatura de equilíbrio T. Desta forma, por meio do valor obtido para a constante  $C_b$  foi possível determinar o valor de DH de acordo com o proposto por Roos (1993) e Roos (1997).

No intuito de avaliar o ajuste ao modelo de BET foram determinados os coeficientes de correlação do modelo ajustado ( $R^2$ ), os coeficientes de Pearson para a análise paramétrica de correlação entre as variáveis (CCP) e os coeficientes de significância estatística do modelo proposto (P), sendo considerados, no escopo deste trabalho, os coeficientes de correlação cujo nível de significância foi igual ou menor do que 0,05. A análise estatística dos resultados foi conduzida por intermédio do software MicrocalOrigin 5.0 (1997).

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

O Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade de Leite em Pó, pela portaria nº 146 do MAPA (BRASIL, 1996), estipula teor máximo de umidade para leite em pó 3,5% $m \cdot m^{-1}$ , e de acordo com a Tabela 1, todos os leites em pó (LPD, LPSD e LPI) deste experimento possuem valor médio de umidade superior ao estipulado. Esta elevada umidade pode comprometer as características dos produtos durante o armazenamento. Visando entender e controlar as modificações químicas nos constituintes dos lácteos desidratados, durante o prazo de armazenamento, deve-se analisar principalmente a atividade de água dos mesmos. Para produtos alimentícios amorfos como o leite em pó a estabilidade durante o armazenamento está relacionada à temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) do mesmo (VUATAZ, 2002; SCHUCK et al, 2005; PATEL et al, 2010). A atividade de água crítica da lactose pura é de 0,370, sendo aquela na qual o produto apresenta  $T_g$  inferior a temperatura ambiente (JOUPIILA; ROOS, 1994). Segundo Thomas et al. (2004), a transição vítrea está relacionada a difusão molecular e a viscosidade, desta forma, em produtos alimentícios amorfos é necessário o fornecimento de energia na forma de calor (temperaturas superiores a  $T_g$ ) para promover esta transição e conseqüentemente as modificações químicas como escurecimento, perda de fluidez e perda de solubilidade. Leite em pó com atividade de água de 0,370 apresenta  $T_g$  igual a 24°C, enquanto que com atividade de 0,200 apresenta  $T_g$  igual a 50°C (ROOS, 2002).

Apenas o LPD apresentou atividade de água inferior a 0,200, uma vez que todos os outros produtos

**Tabela 1** – Composição centesimal e atividade de água para os lácteos desidratados desidratados

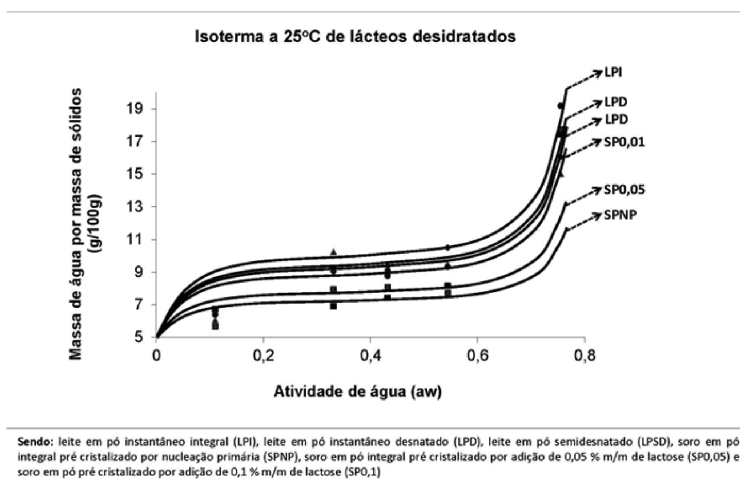
Produto	Água (% $m \times m^{-1}$ )	Gordura (% $m \times m^{-1}$ )	Proteínas (% $m \times m^{-1}$ )	Lactose (% $m \times m^{-1}$ )	Aw
LPD	4,8±0,3	1,5±0,1	33,8±0,8	42,4±0,5	0,167±0,009
SPNP	4,4±0,2	8,0±0,3	10,6±0,3	68,8±1,1	0,222±0,010
LPSD	5,1±0,2	12,5±0,3	29,8±0,6	40,9±0,6	0,224±0,008
LPI	5,3±0,2	26,3±0,4	23,8±0,7	39,1±0,4	0,316±0,007
SP0,05	4,3±0,1	6,5±0,1	10,7±0,4	66,9±0,9	0,230±0,010
SP0,1	4,7±0,1	8,0±0,1	10,4±0,3	66,7±0,7	0,241±0,008

Sendo: LPI = leite em pó instantâneo integral, LPD = leite em pó instantâneo desnatado, LPSD = leite em pó semidesnatado, SPNP = soro em pó integral pré-cristalizado por nucleação primária, SP0,05 = soro em pó integral pré-cristalizado por adição de 0,05 %  $m \times m^{-1}$  de lactose, SP0,1 = soro em pó pré-cristalizado por adição de 0,1 %  $m \times m^{-1}$  de lactose.

avaliados apresentaram valores superiores, o que segundo Roos (2002), faz com que estes lácteos apresentem Tg inferior a 50°C. Os soros em pó (SPNP, SP0,05 e SP0,1) apresentaram teores de umidade superiores a 4,00% m.m<sup>-1</sup> o que de acordo com Shuck et al. (2004) pode possibilitar ao aparecimento de problemas durante a estocagem, como mudanças na coloração e empedramento do pó. As temperaturas de entrada e de saída do ar no spray dryer foram padronizadas durante a realização do experimento, contudo valores elevados de umidade nos pós indicam que esses controles não foram suficientes. Segundo Schuck et al. (2008), o controle da temperatura do ar de saída do spray dryer nem sempre é o melhor atributo para o controle da umidade dos pós, pois esta propriedade também é muito afetada pelo teor de umidade relativa do ar na entrada e saída do spray dryer. O equipamento de secagem empregado neste experimento não possui termohigrômetros e sistemas para a medição e controle da umidade do ar de entrada e saída da câmara, o que impossibilitou este controle e como consequência os produtos apresentaram umidade superior a 4% m.m<sup>-1</sup>.

Dadas as condições de realização do experimento, do equipamento (impossibilidade de controle da umidade relativa do ar) e aos teores de umidade obtido nos pós sugere-se um aumento nas temperaturas do ar de entrada e de saída da câmara de secagem em trabalhos futuros visando à diminuição da umidade dos pós. De acordo com Písecký (1997) e Schuck (2012) as temperaturas de secagem empregadas em spray dryer para produtos lácteos variam entre 170 a 230°C para o ar de entrada e entre 70 e 90°C para o ar de saída.

Os lácteos desidratados apresentaram um comportamento durante a busca pelo equilíbrio com as soluções salinas saturadas que pode ser descrito por uma curva com formato sigmoidal, fato este que é esperado para a maioria dos alimentos e encontrado e outros trabalhos com produtos lácteos desidratados (FOX; MCSWEENEY, 1998; GUERRA et al., 2005; DAMODARAN et al., 2007; CARTER; SCHMIDT, 2012; PRASAD; AGRAWAL, 2012). Os dados de equilíbrio foram ajustados ao modelo de BET e na Figura 1 os dados experimentais e os ajustados ao modelo de BET são apresentados. Na Tabela 2 têm-se os valores dos parâmetros do modelo de BET obtidos das equações ajustadas.



**Figura 1** – Ajuste da equação de BET para as Isotermas de sorção dos lácteos desidratados.

**Tabela 2** – Parâmetros calculados a partir das equações ajustadas ao modelo de BET

Produto	Valor constante de BET (Cb)	Massa monocamada (g×100g <sup>-1</sup> de sólidos)	DH (kJ×mol <sup>-1</sup> ) (kJ×mol <sup>-1</sup> )	Coefficientes de linear para as equações ajustadas ao modelo de BET
LPD	11,11	4,12	5,97	0,939
SPNP	30,61	4,03	8,48	0,970
LPSD	8,31	3,81	5,25	0,971
LPI	8,085	3,05	5,18	0,957
SP 0,05	25,60	4,07	8,04	0,940
SP 0,1	19,93	4,53	7,42	0,961

Sendo: DH = diferença de entalpia entre as moléculas de água no estado puro e na monocamada.

Os dados de equilíbrio dos lácteos desidratados ajustam-se bem ao modelo de BET o que é evidenciado pelos coeficientes da análise estatística, pelos valores de água na monocamada e da diferença de entalpia que estão de acordo com as faixas descritas na literatura para leite em pó, soro em pó e leite em pó para alimentação infantil (PRASAD; AGRAWAL, 2012, TIMMERMANN et al., 2001). Todos os lácteos desidratados analisados encontram-se com valores de umidade acima dos valores para a quantidade de água na monocamada. Para os valores previstos por BET de massa de água na monocamada e de diferença de entalpia foi calculado o coeficiente de correlação de Pearson para a análise paramétrica de correlação entre estas variáveis e a composição centesimal. As correlações estatisticamente significativas são apresentadas na Tabela 3.

A correlação negativa entre o teor de gordura e a massa de água na monocamada pode ser explicada pelo efeito repulsivo que a gordura exerce na água, principalmente quando no leite ou no soro houve grande exposição de ácidos graxos pelo rompimento parcial ou total da membrana lipoprotéica que envolve o glóbulo de gordura. A composição da superfície das partículas de leite em pó integral possuem em média 55 % de gordura segundo Thomas et al. (2004). A elevada correlação negativa entre o teor de umidade do pó e a diferença de entalpia da água era esperada, indicando que quanto maior a quantidade de água no pó menor será a diferença entre a entalpia da água na monocamada e no solvente puro. O teor de lactose nos lácteos desidratados correlaciona-se positivamente com a diferença de entalpia da água, indicando que a água na monocamada estará realizando interações químicas mais intensas e/ou de maior aumento de entropia do que faria estando no solvente puro. Esse resultado possui importante aplicação prática, pois demonstra que lácteos desidratados obtidos com elevados teores de lactose são mais propensos a absorção de umidade durante o armazenamento.

#### 4 CONCLUSÕES

Neste trabalho foi possível determinar a composição centesimal dos produtos desidratados e o ajuste dos dados de equilíbrio ao modelo de BET.

#### AGRADECIMENTOS

À FAPEMIG pelo financiamento do projeto APQ 00499-08, pela concessão da Bolsa de Iniciação Científica e Bolsa de Incentivo à Pesquisa e ao Desenvolvimento Tecnológico.

#### 5 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Portaria nº 146, de 07 de março de 1996. Aprova os Regulamentos Técnicos de Identidade e Qualidade dos Produtos Lácteos. **Diário Oficial da República Federativa do Brasil**, Brasília, 11 mar. 1996. Seção 1, Página3977.

CARTER, B.C., SCHMIDT, S.J. Developments in glass transition determination in food using moisture isotherms. **Food Chemistry**, London, v.132, n.4, p.1693-1698, 2012.

CLARK, Z.L. et al. Amorphous lactose crystallization kinetics. In: INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON SPRAY DRIED PRODUCTS, 5., 2012, Saint Malo – França. **Proceedings ...Saint Malo: INRA**, 2012. p.48.

DAMODARAN, S.; PARKIN, K.L., FENNEMA, O.R. **Fennema's Food Chemistry**. 4ed. New York: CRC Press, 2007.1144p.

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

FURMANIAK, S. et al. Searching the most optimal model of water sorption on foodstuffs in the whole range of relative humidity. **Food Research International**, Essex,v.42, n.8, p.1203-1214, 2009.

GUERRA, R.B., NEVES, E.C.A., PENA, R.S. Caracterização e processamento de leite bubalino em pó em secador por nebulização. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v.25, n.3, p.443-447, 2005.

HOGAN, S.A.; O'CALLAGHAN, D.J. Effects of hydrolysis on moisture sorption and stickiness behavior of hydrolysed whey protein/lactose powders. In: INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON SPRAY DRIED PRODUCTS, 5.,2012, Saint Malo – França. **Proceedings ...Saint Malo: INRA**, 2012. p.44.

JELN,P. Crystallization of lactose – behavior and industrial applications. In: INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON SPRAY DRIED PRODUCTS, 5.,2012, Saint Malo – França. **Proceedings ...Saint Malo: INRA**, 2012. p.39-40.

**Tabela 3** – Correlações estatisticamente significativas entre os atributos físico-químicos.

Variável	Massa de água na monocamada(g/100g de sólidos)	DH (kJ×mol <sup>-1</sup> )
Gordura (% m×m <sup>-1</sup> )	- 0,866	-
Água (% m×m <sup>-1</sup> )	-	- 0,943
Lactose (% m×m <sup>-1</sup> )	-	0,972

- JOUPPIILA, K., ROOS, Y. H. Water sorption and time-dependent phenomena of milk powders. **Journal of Dairy Science**, Champaign, v.77, n.7, p.1798-1808, 1994.
- MATHLOUTHI, M.; ROGE, B. Water vapour sorption isotherms and the caking of food powders. **Food Chemistry**, London, v.82, n.1, p.61-71, 2003.
- PATEL, K. et al. One-dimensional simulation of co-current, dairy spray drying systems – pros and cons. **Dairy Science and Technology**, Rennes, v.90, n.2-3, p.181-210, 2010.
- PEREIRA, D. B. C. et al. **Físico-química do leite e derivados: métodos analíticos**. 2ed. Juiz de Fora: Oficina de Impressão Gráfica e Editora, 2001. 190p.
- PERRONE, I.T. et al. Crystallization in concentrated whey In: INTERNATIONAL SYMPOSIUM ON SPRAY DRIED PRODUCTS, 5., 2012, Saint Malo– França. **Proceedings...** Saint Malo: INRA, 2012. p.41-42.
- PERRONE, I.T. et al. Processo para a secagem de soro integral em equipamento semi-industrial. **Revista do Instituto de Laticínios Cândido Tostes**, Juiz de Fora, v. 66, n.381, p. 21-27, 2011.
- PÍSECKÝ, I.J. **Handbook of milk powder manufacture**. Copenhagen: NIRO A/S, 1997. 261p.
- PRASAD, D., AGRAWAL, A.K. Sorption isotherms of infant milk food — effect of variation of temperature and comparison of various constants in BET and GAB models. **Indian Journal of Dairy Science**, Raipur, v.65, n.6, p.449-455, 2012.
- ROOS, Y. Importance of glass transition and water activity to spray drying and stability of dairy powders. **Le Lait**, Rennes, v.82, n.4, p.478-484, 2002.
- ROOS, Y.H. Water activity and physical state effects on amorphous food stability. **Journal of Food Processing and Preservation**, Malden, v.16, n.6, p.433-447, 1993.
- ROOS, Y. H. Water in milk products. In: FOX, P.F. **Advanced dairy chemistry: lactose, water, salts and vitamins**. London: Chapman & Hall, 1997. v. 3, p.310-313
- SCHUCK, P. et al. Séchage des lactosérums et dérivés: rôle du lactose et de la dynamique de l'eau. **Le Lait**, Rennes, v.84, n.3, p.243-268, 2004.
- SCHUCK, P. et al. Water activity and glass transition in dairy ingredients. **Le Lait**, Rennes, v.85, n.4-5, p.295-304, 2005.
- SCHUCK, P. et al. Relative humidity of outlet air: the key parameter to optimize moisture content and water activity of dairy powders. **Dairy Science and Technology**, Rennes, v.88, n.1, p. 45-52, 2008.
- SCHUCK, P.; DOLIVET, A.; JEANTET, R. **Analytical methods for food and dairy powders**. Chichester: Wiley-Blackwell, 2012. 248 p.
- THOMAS, M.E.C. et al. Milk powders ageing: effect on physical and functional properties. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, London, v.44, n.5, p. 297-322, 2004.
- TIMMERMANN, E.O.; CHIRIFE, J.; IGLESIAS, H.A. Water sorption isotherms of foods and foodstuffs: BET or GAB parameters? **Journal of Food Engineering**, London, v.48, n.1, p.19-31, 2001.
- VUATAZ, G. The phase diagram of milk: a new tool for optimizing the drying process. **Le Lait**, Rennes, v.82, n.4, p.485-500, 2002.
- WESTERGAARD, V. **Tecnología de la leche en polvo: evaporación y secado por atomización**. Copenhagen: Nirol A/S, 2001. 166 p.

