

MOISÉS SIMEÃO

**INFLUÊNCIA DO TIPO DE CRISTALIZADOR NA CINÉTICA DE  
CRISTALIZAÇÃO DO SORO DE LEITE CONCENTRADO**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Viçosa, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, para obtenção do título de *Magister Scientiae*.

VIÇOSA  
MINAS GERAIS – BRASIL  
2016

**Ficha catalográfica preparada pela Biblioteca Central da Universidade  
Federal de Viçosa - Câmpus Viçosa**

T

S589i  
2016 Simeão, Moisés, 1991-  
Influência do tipo de cristalizador na cinética de  
cristalização do soro de leite concentrado / Moisés Simeão. –  
Viçosa, MG, 2016.  
xiv, 56f. : il. (algumas color.) ; 29 cm.

Orientador: Antônio Fernandes de Carvalho.  
Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Viçosa.  
Referências bibliográficas: f.51-56.

1. Soro de leite. 2. Alimentos - Cinética. 3. Lactose.  
4. Cristalização. 5. Secagem. I. Universidade Federal de Viçosa.  
Departamento de Tecnologia de Alimentos. Programa de  
Pós-graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos. II. Título.

CDD 22. ed. 664.02

MOISÉS SIMEÃO

**INFLUÊNCIA DO TIPO DE CRISTALIZADOR NA CINÉTICA DE  
CRISTALIZAÇÃO DO SORO DE LEITE CONCENTRADO**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Viçosa, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, para obtenção do título de *Magister Scientiae*.

APROVADA: 21 de março de 2016.

---

Guilherme Miranda Tavares

---

Rodrigo Stephani

---

Pierre Schuck  
(Coorientador)

---

Ítalo Tuler Perrone  
(Coorientador)

---

Antônio Fernandes de Carvalho  
(Orientador)

*Dedico a meus pais;*

*Flávio e Imaculada.*

## AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus pelo dom da vida e por esta sempre comigo em todos os momentos.

À Universidade Federal de Viçosa e ao Departamento de Tecnologia de Alimentos pela oportunidade de cursar o Mestrado.

Ao meu orientador prof. Antônio Fernandes de Carvalho, por todas as oportunidades oferecidas, pelos conselhos, confiança e ensinamentos na qual sou muito grato.

Ao prof. Ítalo Tuler Perrone por todos inúmeros ensinamentos, pelo apoio contínuo e pela amizade.

Ao professor Afonso Mota Ramos pela estrutura disponibilizada. Aos colaboradores da Fábrica de Frutas e Hortaliças, Helvécio, José Geraldo e Simeão por todo apoio, pelos cafezinhos durante os intervalos de serviço e pela paciência com nossa equipe.

Ao José Tomás (“Perereca”) por todas manutenções e pela amizade.

Ao Laticínios Porto Alegre pela parceria na qual foi fundamental para execução deste projeto, agradeço ao Silvano, Andrew e Cristian pelas recepções na fábrica e por acreditarem em nossa pesquisa.

A todos amigos da Plataforma Inovaleite, Cleuber, Tatiana, Ariel, Arlan, Rafael, Iara, Ana Carolina, Lívia, Ezequiel, Paulete, Angélica, Iara, Márcio, Marciano e demais, que contribuíram para que essa pesquisa fosse realizada, pela parceria, trabalho e amizade.

Ao Laboratório de Leite e Derivados por toda sua estrutura disponível e por toda equipe na qual foram 5 anos juntos, sendo muito enriquecedor para minha vida acadêmica e pessoal.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (Capes) pelo apoio financeiro concedido.

Ao Laticínio Funarbe e todos os colaboradores por todas contribuições.

Ao Núcleo de Espectroscopia e Estrutura Molecular (NEEM) – UFJF, pela realização das análises de microscopia eletrônica e análise do tamanho de partícula e ao professor Luiz Fernando Cappa de Oliveira, Rodrigo Stephani, Guilherme Tavares e Jansen Torres por todo apoio.

Aos meus pais por acreditarem em mim e me apoiarem durante toda essa caminhada.

A minha noiva Fabiana pelo incentivo, parceria e cumplicidade.

A toda minha família e amigos.

*A todos, Muito Obrigado!*

## **BIOGRAFIA**

MOISÉS SIMEÃO, filho de Flávio Simeão e Imaculada Conceição da Silva Simeão, nasceu em Ubá, Minas Gerais, em 30 de maio de 1991.

Em março de 2010 iniciou o curso de Tecnologia em Laticínios no IF Sudeste MG, campus Rio Pomba, em março de 2011 transferiu para o curso de Graduação em Ciência e Tecnologia de Laticínios na Universidade Federal de Viçosa, e graduou-se em março de 2014. Em agosto deste mesmo ano, iniciou o curso de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Alimentos, em nível de Mestrado, submetendo-se a defesa de dissertação em março de 2016.

## SUMÁRIO

<b>LISTA DE ILUSTRAÇÕES</b> .....	<b>VII</b>
<b>LISTA DE TABELAS</b> .....	<b>X</b>
<b>LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS</b> .....	<b>XII</b>
<b>RESUMO</b> .....	<b>XIV</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>XV</b>
<b>1. INTRODUÇÃO</b> .....	<b>1</b>
<b>2. REVISÃO DE LITERATURA</b> .....	<b>2</b>
2.1. SORO FLUIDO E SORO EM PÓ .....	2
2.2. SEPARAÇÃO POR MEMBRANAS.....	4
2.3. EVAPORAÇÃO A VÁCUO .....	7
2.4. LACTOSE E SUAS PROPRIEDADES .....	8
2.5. SECAGEM POR ATOMIZAÇÃO.....	14
<b>3. OBJETIVOS</b> .....	<b>17</b>
3.1. OBJETIVO GERAL .....	17
3.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	17
<b>4. MATERIAL E MÉTODOS</b> .....	<b>18</b>
4.1. DELINEAMENTO EXPERIMENTAL .....	18
4.2. EVAPORAÇÃO A VÁCUO .....	19
4.3. CRISTALIZAÇÃO DA LACTOSE.....	19
4.4. SECAGEM POR ATOMIZAÇÃO.....	22
4.5. ANÁLISES ESTATÍSTICAS .....	22
4.6. ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS.....	22
4.7. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA .....	23
4.8. ANÁLISE DO TAMANHO DE PARTÍCULA POR DIFRAÇÃO A LASER.....	23
<b>5. RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	<b>24</b>
5.1. EVAPORAÇÃO A VÁCUO .....	24
5.2. RESFRIAMENTO .....	27
5.3. CRISTALIZAÇÃO DA LACTOSE.....	28
5.4. SECAGEM POR ATOMIZAÇÃO.....	42
5.5. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA .....	45
5.6. ANÁLISE DO TAMANHO DAS PARTÍCULAS POR DIFRAÇÃO LASER.....	50
<b>6. CONCLUSÕES</b> .....	<b>52</b>
<b>7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b> .....	<b>53</b>

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

<i>Figura 01 – Características das operações de separação por membranas. Fonte: Bylund, 1995.....</i>	<i>20</i>
<i>Figura 02 – Estrutura química dos isômeros da lactose.....</i>	<i>23</i>
<i>Figura 03 – Equilíbrio mutarrotacional entre alfa e beta lactose.....</i>	<i>24</i>
<i>Figura 04 – Princípio da secagem por atomização. Fonte: Schuck et al., 2010.....</i>	<i>29</i>
<i>Figura 05 – Delineamento experimental aplicado no experimento.....</i>	<i>32</i>
<i>Figura 06 – A) Tanque de cristalização 1 – com agitador central; B) Tanque de cristalização 2 – com agitador periférico.....</i>	<i>34</i>
<i>Figura 07 – Vista superior dos tanques de cristalização 1 (com agitador central) e 2 (com agitador lateral) e os respectivos raios para coleta de amostra.....</i>	<i>35</i>
<i>Figura 08 – Taxa de resfriamento do soro concentrado após evaporação à vácuo nos diferentes tratamentos analisados.....</i>	<i>40</i>
<i>Figura 09 – Acompanhamento do teor de sólidos solúveis durante a etapa de cristalização da lactose em soro concentrado (50 °Brix, 55 °Brix e 60 °Brix) (n=3).....</i>	<i>41</i>
<i>Figura 10 – Comportamento cinético de formação de cristais de lactose em soro concentrado (50 °Brix, 55 °Brix e 60 °Brix), durante etapa de cristalização (n=3).....</i>	<i>42</i>
<i>Figura 11 – Acompanhamento da cristalização de 0-240 min por meio da microscopia óptica a partir do soro com concentração de 50 °Brix nos tanques</i>	

1 e 2 (aumento 100x).....48

Figura 12 – Acompanhamento da cristalização de 0-240 min por meio da microscopia óptica a partir do soro com concentração de 55 °Brix nos tanques 1 e 2 (aumento 100x).  
.....49

Figura 13 – Acompanhamento da cristalização de 0-240 min por meio da microscopia óptica a partir do soro com concentração de 60 °Brix nos tanques 1 e 2 (aumento 100x).  
.....50

Figura 14 – Comportamento cinético da cristalização da lactose em soro concentrado (50 °Brix, 75,7 g de lactose em 100 g de água do produto comparando amostras coletadas próximo a parede e no centro do equipamento em ambos tanques de cristalização (n=3).....54

Figura 15 – Comportamento cinético da cristalização da lactose em soro concentrado (55 °Brix, 102,3 g de lactose em 100 g de água do produto) comparando amostras coletadas próximo a parede e no centro do equipamento em ambos tanques de cristalização (n=3).....54

Figura 16 – Comportamento cinético da cristalização da lactose em soro concentrado (60 °Brix, 140,7 g de lactose em 100 g de água do produto) comparando amostras coletadas próximo a parede e no centro do equipamento em ambos tanques de cristalização (n=3).....55

Figura 17 – Foto interna da câmara de secagem após processamento do soro em pó.....57

Figura 18 – Microscopia eletrônica de varredura dos soros em pó produzidos em cada tratamento e de uma amostra de soro em pó comercial (aumento de 300x).  
.....58

*Figura 19 – Microscopia eletrônica de varredura de cada tratamento avaliado e de um Soro em pó comercial (aumento 2000x).....60*

*Figura 20 – Comparação da distribuição dos tamanhos das partículas das amostras durante a reidratação por recirculação no equipamento de difração a laser. As curvas apresentadas foram obtidas após 5 minutos de recirculação e mostram a distribuição do tamanho das partículas (diâmetro hidrodinâmico, Dh – escala logarítmica) pela porcentagem do volume ocupado por elas.....63*

## LISTA DE TABELAS

- Tabela 01 – Cifras de transição dos sólidos do leite (%m/m) entre um queijo semiduro e o soro. Fonte: Vilela (2009).....18*
- Tabela 02 – Composição média e características físico-químicas do soro em pó. Fonte: Westergaard, 2001.....19*
- Tabela 03 – Características dos sistemas de atomização. Fonte: Schuck et al (2012), Westergaard (2004), Masters (2002).....30*
- Tabela 04 – Atributos para a evaporação do soro pré-concentrado nos tratamentos realizados (50, 55 e 60 °Brix) (n=3).....38*
- Tabela 05 – Composição centesimal do soro concentrado desmineralizado obtido após concentração (n=3).....39*
- Tabela 06 – Composição dos soros de diferentes concentrações obtidos por vaporização a vácuo.....39*
- Tabela 07 – Percentual de cristalização da lactose alcançado no término da etapa de cristalização.....43*
- Tabela 08 – Equações matemáticas resultantes do estudo da cristalização do soro concentrado (50 °Brix) em dois modelos diferentes de cristalizadores.....45*
- Tabela 09 – Equações matemáticas resultantes do estudo da cristalização do soro concentrado (55 °Brix) em dois modelos diferentes de cristalizadores.....46*
- Tabela 10 – Equações matemáticas resultantes do estudo da cristalização do soro concentrado (60 °Brix) em dois modelos diferentes de cristalizadores.....46*

*Tabela 11 – Tempo em minutos necessário para atingir no mínimo 70 % de cristalização da lactose em soro concentrado para cada tratamento.....47*

*Tabela 12 – Teor de sólidos solúveis e percentual de cristalização ao final da cristalização e após 12 horas de refrigeração (n=3).....52*

*Tabela 13 – Comparação entre o teor de sólidos solúveis e % de cristalização da lactose nas diferentes concentrações analisadas avaliando regiões diferentes de amostragem em cada um dos tanques (n=3).....53*

*Tabela 14 – Composição físico-química do soro em pó obtido (n=3).....55*

*Tabela 15 – Teores de umidade e de atividade de água médios para os soro em pó obtidos em concentrações diferentes nos tanques de cristalização 1 e 2 (n=3).....56*

*Tabela 16 – Características dos diferentes processos de secagem. Fonte: Adaptado de PÍSECKÝ (1997) e SCHUCK (2009).....61*

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

*% (m/m) – Porcentagem massa por massa*

*μm – Micrometro*

*°C – Graus Celsius*

*°Brix – % Sólidos Solúveis*

*Δ – Variação*

*A<sub>w</sub> – Atividade de Água*

*ABIQ – Associação Brasileira das Indústrias de Queijo*

*B1 – Brix Inicial*

*B2 – Brix Final*

*cm – Centímetro*

*Cr - Cristalização*

*D – Grau de Rotação*

*Da – Dalton*

*Dh – Diâmetro Hidrodinâmico*

*g – Grama*

*h – Hora*

*H<sub>2</sub>O – Água*

*Hg – Mercúrio*

*EST – Estrato Seco Total*

*kcal – Quilo Calorias*

*kg – Quilo Grama*

*kgf – Quilo Grama Força*

*LAC – Lactose no Extrato Seco*

*L – Litro*

*MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura*

*MF – Microfiltração*

*mg – Miligrama*

*min – Minutos*

*NF – Nanofiltração*

*nm – Nanometro*

*OR – Osmose Reversa*

*p = Probabilidade Estatística*

*pH – Potencial Hidrogeniônico*

*r* – Raio

*RMF* – Resíduo Mineral Fixo

*rpm* – Rotações por Minuto

*s* – Segundos

*T1* – Tanque 1

*T2* – Tanque 2

*T* – Tratamento

*T<sub>g</sub>* – Temperatura de Transição Vítrea

*UF* – Ultrafiltração

*UR* – Umidade Relativa

*50BT1* – 50 Brix no Tanque 1

*50BT2* – 50 °Brix no Tanque 2

*55BT1* – 55 °Brix no Tanque 1

*55BT2* – 55 °Brix no Tanque 2

*60BT1* – 60 °Brix no Tanque 1

*60BT2* – 60 °Brix no Tanque 2

## RESUMO

SIMEÃO, Moisés, M.Sc., Universidade Federal de Viçosa, março de 2016. **Influência do tipo de cristalizador na cinética de cristalização do soro de leite concentrado.** Orientador: Antônio Fernandes de Carvalho. Coorientadores: Ítalo Tuler Perrone e Pierre Schuck.

O cenário atual do mercado, desenvolvimento tecnológico e industrial, da produção sustentável e da geração de conhecimento técnico e científico na área de leite e derivados é favorável a realização de pesquisas sobre descrição de fenômenos físico-químicos e sua correlação com propriedades técnico funcionais de lácteos desidratados. O principal objetivo deste trabalho consistem na determinação do efeito do tipo de cristalizador na eficiência da cristalização da lactose em soro de leite concentrado, utilizando dois equipamentos que dispõem de diferentes formas de agitação (Tanque 1 - agitador central e Tanque 2 - agitador periférico), mantendo as demais condições de cristalização constantes, como: taxa de resfriamento; temperatura; velocidade de agitação; tempo de cristalização; e teor de sólidos solúveis por tratamento. Foi determinada a cinética de cristalização da lactose, perfil de cristalização por meio da microscopia óptica, produção de soro em pó a partir de diferentes soros cristalizados e determinação das propriedades do pó de acordo com a eficiência de cristalização em cada um dos tanques. Os resultados deste projeto de Mestrado contribuem para os conhecimentos sobre o processo de cristalização e para escolha dos equipamentos mais adequados para o processamento, no qual é possível alcançar uma maior quantidade de lactose cristalina, reduzindo o tempo de cristalização, minimizando problemas de adesão e aglomeração não desejável (empedramento) no *spray dryer*, gerando impactos positivos para o desenvolvimento científico, tecnológico, industrial e suporte a inovação tecnológica.

## ABSTRACT

SIMEÃO, Moisés, M.Sc., Universidade Federal de Viçosa, March, 2016. **Influence of the crystallizer design on the crystallization kinetics of concentrated whey.** Advisor: Antônio Fernandes de Carvalho. Co-Advisors: Ítalo Tuler Perrone and Pierre Schuck.

Nowadays, the market scenario, the technological and industrial development, the durable production system and the accumulation of technical and scientific knowledge in dairy area favor the conduction of research on physical and chemical phenomena and how these phenomena are correlated with techno-functional properties of dehydrated dairy products. The main objectives of this project were to determine the effect of the crystallizer design on lactose crystallization efficiency in concentrated whey. Two different crystallizers were used, one presenting a central agitation (Tank 1) and the other presenting a peripheral agitation (Tank 2). All others crystallization parameters were kept constant such as cooling rate; temperature; stirring speed; crystallization time and concentration of soluble solids by treatment. We determined the kinetics of lactose crystallization and the crystallization profile by optical microscopy and we characterized the whey powders obtained from the different crystallized products as a function of the crystallization efficiency of each of tank. The results obtained during this Master's project contribute to better understand the crystallization process and help on the choosing of the most appropriate crystallizer allowing higher lactose crystallization rate, minimal crystallization time and therefore reduction of problems linked with caking on spray dryer. In conclusion, our results bring positive impact on the scientific, technological and industrial fields for technological innovation.

## 1. INTRODUÇÃO

O soro já foi considerado uma matéria prima de aproveitamento oneroso para a indústria de laticínios, entretanto com as regulamentações ambientais que proíbem o descarte de produtos com elevada demanda biológica de oxigênio, com as comprovações científicas do valor nutricional de seus constituintes e com o desenvolvimento de técnicas de fracionamento, o soro é amplamente requisitado como ingrediente ou como precursor de ingredientes na indústria de alimentos (GERNIGON, et al., 2010).

Na lista de importações brasileira de produtos lácteos, o soro de leite, em pó, tem grande peso, sendo que o maior país exportador desse produto para o Brasil é a Argentina. Tal fato sempre foi motivo de preocupação para o setor leiteiro, já que causa impacto negativo na balança comercial de lácteos. Essa importação ocorre pela falta do produto no mercado interno, que tem um processamento em quantidades insuficientes para atender a demanda nacional (PITHAN E SILVA, et al., 2013).

O soro de leite pode ser utilizado pela indústria de diversas formas, sendo a produção de soro em pó a forma de processamento que se destaca devido algumas vantagens como a facilidade de conservação, menor espaço para estocagem, menor custo de transporte, maior versatilidade de emprego dentre outros. Entende-se como soro em pó o produto obtido pela desidratação do soro ou soro ácido, mediante processos tecnologicamente adequados, encontrando-se apto para a alimentação humana (CODEX ALIMENTARUS, 2005).

Segundo Schuck et al. (2010) & Perrone et al. (2010) o soro em pó possui em sua composição média 70-74 % (m/m) de lactose e no mínimo 12 % (m/m) de proteína, dentre outros constituintes. Para a elaboração deste produto as principais operações unitárias que podem estar envolvidas em sua produção são: separação por membranas, evaporação a vácuo, cristalização e secagem em *spray dryer*. A osmose reversa pode ser empregada como fase inicial de retirada de água do soro, sendo caracterizada pelo baixo consumo de energia. A evaporação a vácuo possibilita que o soro seja concentrado a teores de sólidos lácteos entre 52 % e 60 % (m/m), com um custo energético por quilograma de água evaporada até vinte vezes inferior ao processo de retirada de água em *spray dryer*.

Diversas técnicas analíticas são empregadas para o estudo científico de lácteos concentrados e desidratados. A aplicação de análises permitem mensurar algumas propriedades que impactam durante ou após o processamento do soro em pó, como determinação da taxa de cristalização de lactose, perfil de cristalização, tensão interfacial e perfil viscográfico. Estas em conjunto com a caracterização físico-químicas dos mesmos por meio de espectroscopia Raman e caracterização microestrutural por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV), aliadas à determinação de atributos de qualidade, podem contribuir como métodos de avaliação de qualidade do produto. Desta forma tem-se um melhor entendimento dos mecanismos físico-químicos que se manifestam nos produtos durante o processamento e em seu período de estocagem, assim como o estabelecimento de atributos de controle de produção para as indústrias.

## **2. REVISÃO DE LITERATURA**

### **2.1. SORO FLUIDO E SORO EM PÓ**

O estado de Minas Gerais é o maior produtor de leite do país tendo produzido, em 2014, 6,59 bilhões de litros de leite, o que representou 26,6 % do total de 24,74 bilhões de litros produzidos no Brasil (IBGE, 2014). Grande parte deste volume de leite industrializado no país em estabelecimento sob Serviço de Inspeção Federal é usada na produção de queijos. Segundo dados do ABIQ a produção de queijos no país com Inspeção Federal foi de, aproximadamente, 1.100 mil toneladas no ano de 2014, resultando na produção de um alto volume de soro obtido (ABIQ, 2014).

O soro obtido a partir da fabricação convencional de queijos é a porção aquosa liberada do coágulo durante o processamento, apresentando-se como um líquido opaco e de cor amarelo-esverdeada, considerado um efluente residual que pode acarretar graves problemas ambientais associados ao seu alto teor de matéria orgânica. Atualmente, sua utilização como um coproduto está presente nas principais indústrias, sendo visto não mais como um agente poluidor e sim como uma nova fonte de renda, melhorando a eficiência econômica das indústrias de laticínios.

O soro pode ser obtido em laboratório ou em indústrias de processamento de leite por três operações principais: pela coagulação

enzimática, resultando na coagulação das caseínas, matéria-prima para a produção de queijos (soro doce); pela precipitação ácida no pH isoeletrico das caseínas (pH = 4,6), resultando na caseína isoeletrica (soro ácido); e por último, pela separação física das micelas de caseína por microfiltração, em membranas de 0,1 µm, obtendo-se um concentrado de micelas e as proteínas do soro (soro ideal) (MAUBOIS et al., 2001; ZINSLY et al., 2001).

Cerca de 90 a 95 % do volume do leite usado para a fabricação de queijos resultam em soro, o qual contém, aproximadamente metade dos sólidos totais do leite, incluindo proteínas solúveis, sais e principalmente lactose, de acordo com a Tabela 01.

**Tabela 01** – Cifras de transição dos sólidos do leite (% m/m) entre um queijo semiduro e o soro.

Componente	Leite	Queijo	Soro	Transição para o queijo
Lactose (%m/m)	4,7	0,2	4,5	4 %
Gordura (%m/m)	3,4	3,1	0,3	91 %
Proteínas (%m/m)	3,1	2,3	0,8	74 %
Minerais (%m/m)	0,9	0,5	0,4	56 %
Sólidos Totais (%m/m)	12,1	6,1	6,0	50 %

Fonte: Vilela (2009).

Devido às pressões econômicas e ambientais, a maior parte das fábricas de queijo busca processos para o aproveitamento e recuperação de todos os sólidos lácticos. Há alguns anos atrás se especulava que em algum dia o queijo tornaria-se o sub produto da produção de soro. Para algumas fábricas produtoras de queijo, em grande escala, este dia chegou. Hoje, o aproveitamento do soro é possível devido ao avanço no conhecimento de suas funcionalidades, o que possibilitou o seu emprego em diversas áreas (PERRONE, et al. 2011).

Dentre as alternativas para utilização do soro pela indústria incluem a fabricação de produtos como ricota e bebida láctea, produção de soro em pó, bem como a concentração e fracionamento através de sistemas de membranas, obtendo-se lactose, concentrados protéicos com elevados teores de proteínas (próximos a 89 %), isolados protéicos enriquecidos com β-lactoglobulina ou α-lactoalbumina, ou na forma de componentes isolados como

glicomacropéptido e lactoferrina (MACHADO et al., 2001; JOHNSON & LUCEY, 2006).

Segundo o Codex Alimentarius (2005), entende-se por soro em pó o produto obtido pela desidratação do soro ou soro ácido mediante processos tecnologicamente adequados, apto para a alimentação humana. Conforme Westergaard (2001), o soro em pó possui a composição média apresentada na Tabela 02 abaixo.

**Tabela 02** – Composição média e características físico-químicas do soro em pó.

Característica físico-química ou constituinte	Concentração
Sedimentos	Máximo 200 mg.L <sup>-1</sup>
pH (após dissolução)	Mínimo 6,3
Acidez titulável (após dissolução)	Máximo 0,12 %
Ácido láctico	Máximo 200 mg.L <sup>-1</sup>
Gordura	Máximo 0,05 %
Lactose	70 – 74 %
Proteínas	Mínimo 12 %
Cálcio	Máximo 300 mg.L <sup>-1</sup>
Magnésio	Máximo 100 mg.L <sup>-1</sup>
Cloro	Máximo 1200 mg.L <sup>-1</sup>
Gases incondensáveis	Máximo 0,02 %

Fonte: Westergaard, 2001.

## 2.2. SEPARAÇÃO POR MEMBRANAS

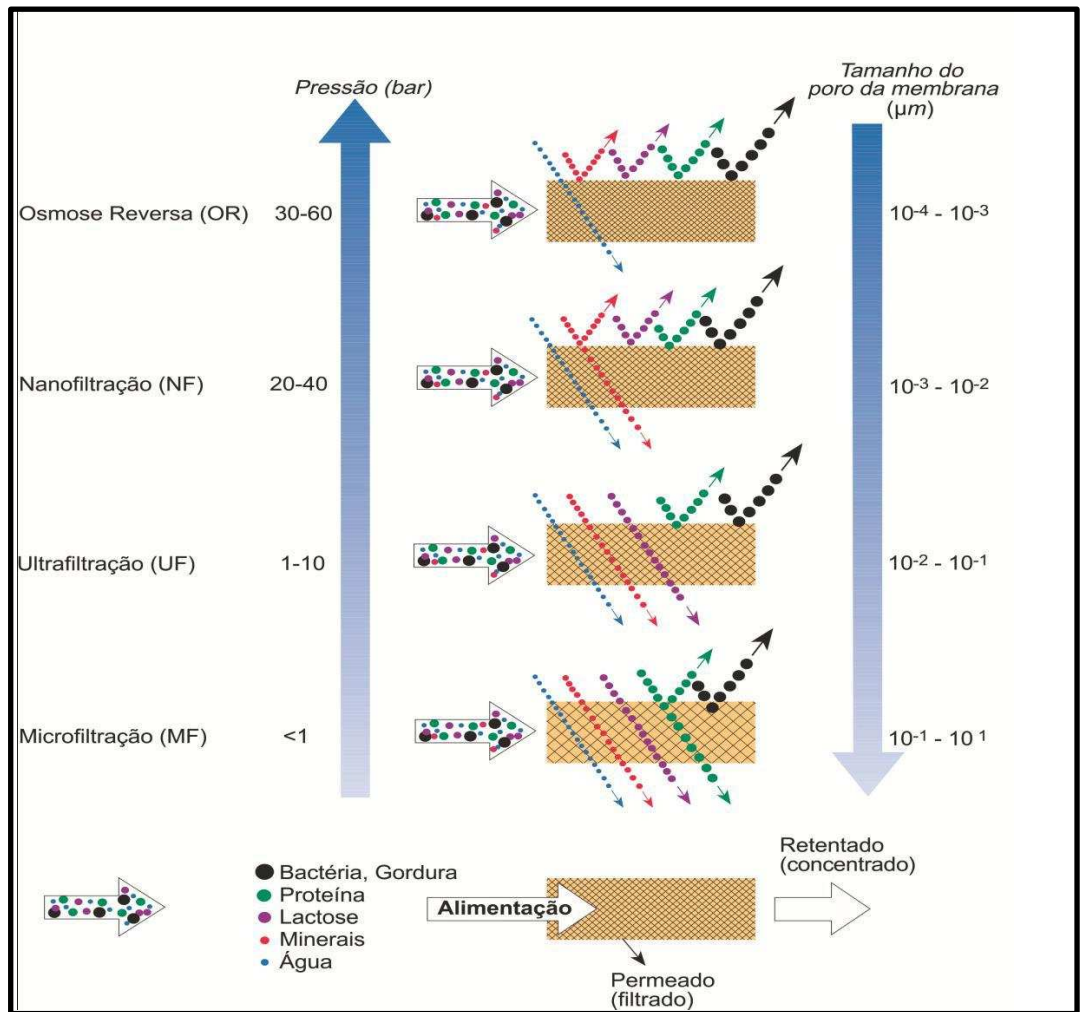
A tecnologia de separação por membrana têm encontrado muitas aplicações, principalmente na indústria de laticínios, tais como microfiltração (MF), ultrafiltração (UF), nanofiltração (NF) e osmose reversa (OR) (CARVALHO e MAUBOIS, 2010), sendo que o processamento de soro de leite representa um dos primeiros campos de aplicação dessa tecnologia na indústria de lácteos (ROSENBERG, 1995; MAUBOIS, 1991).

Nas operações de separação por membranas, estas são utilizadas para o fracionamento de misturas, soluções e suspensões abrangendo substâncias de tamanho e natureza química diferentes (BALDASSO, 2008). O objetivo dessas operações é fracionar, concentrar ou purificar um líquido, de forma a obter duas soluções de composição distintas. As operações baseiam-se na

permeabilidade seletiva de certos componentes através da membrana. As moléculas que possuem tamanho inferior ao do poro da membrana passam através dela, enquanto aquelas de tamanho superior ficam retidas pelo efeito peneira ou por forças repulsivas da superfície da mesma (LIRA et al., 2009). Durante a operação, a alimentação separa-se em duas correntes: o material que passa através da membrana, denominado filtrado ou permeado, e a fração retida que contém os componentes não permeáveis denominado de concentrado ou retentado (GOULAS & GRANDISON, 2008).

O mecanismo de separação ocorre devido à influência de alguns parâmetros, sendo: composição da membrana, configuração do equipamento, superfície da membrana, classificação da membrana (MF, UF, NF e OR), temperatura, pressão e condição de escoamento do fluido (KOÊSEOGLU et al., 1991); e segundo Bassetti (2002), o controle dos parâmetros operacionais é fundamental para obtenção de uma boa eficiência da operação.

Algumas características principais envolvidas nas principais operações de separação por membrana podem ser visualizadas na Figura 01.



**Figura 01** - Características das operações de separação por membranas

Fonte: Bylund, 1995.

A NF aplicada no processamento do soro de leite concentrado e desmineralizado consiste em uma operação que possui gradiente de pressão como força motriz e utiliza membranas com poros de tamanho médio de 1 nm. Nesta operação, a lactose e grande parte de outros componentes do soro ou do leite são retidos, e permite a permeação de íons monovalentes solúveis e água (CARVALHO & MAUBOIS, 2010).

Já as membranas usadas na OR retêm solutos de tamanhos inferiores a 1 nm e possuem uma massa molar de corte de aproximadamente 100 Da, sendo relativamente densas, praticamente sem poros. A operação envolve pressões, em média, cinco a dez vezes superiores às utilizadas na ultrafiltração, sendo empregada para concentração de soro ou leite por eliminação de água e sais minerais ionizados (ROSENBERG, 1995).

### 2.3. EVAPORAÇÃO A VÁCUO

A evaporação a vácuo consiste na retirada de água por meio do fornecimento de energia na forma de calor ao soro sob uma pressão inferior a pressão atmosférica. Com essa técnica a remoção de água ocorre em temperaturas entre 40 °C e 75 °C, o que minimiza as modificações causadas aos constituintes do soro devido ao aquecimento. Na evaporação a vácuo o soro é concentrado a teores de sólidos lácticos entre 50 % m/m e 60 %m/m, com um custo energético por quilograma de água evaporada até vinte vezes inferior ao processo de retirada de água em *spray dryer* (SCHUCK et al., 2010).

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

- a) elaborar produtos concentrados como leite evaporado, leite condensado e iogurte concentrado;
- b) como uma etapa intermediária na fabricação de produtos lácteos em pó;
- c) para produzir lactose a partir da recristalização do soro.

Os evaporadores tubulares de película descendente são os mais empregados nos laticínios e podem ser acoplados a sistemas para finalização da concentração e para o resfriamento rápido do produto concentrado, denominado flash cooler (WESTERGAARD, 2001).

As principais modificações causadas pela concentração do leite e do soro, de acordo com Walstra et al. (2001), são as seguintes:

- a) diminuição da atividade de água;
- b) aumento da higroscopicidade;
- c) mudanças no equilíbrio salino;
- d) modificação na conformação das proteínas;
- e) aumento da pressão osmótica, diminuição do ponto crioscópico, aumento do ponto de ebulição, da condutividade elétrica, da densidade e do índice de refração;
- f) aumento da viscosidade;
- g) saturação da solução e tendência a cristalização da lactose.

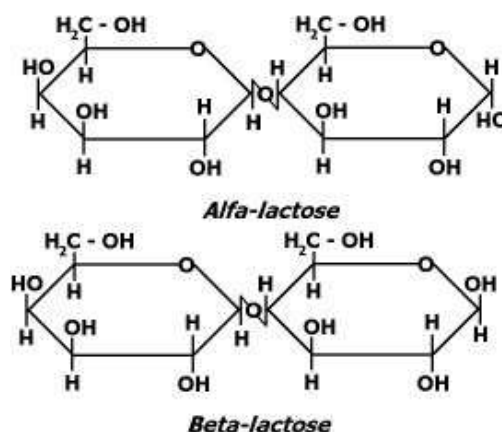
No processamento de soro é fundamental que se busque uma elevada concentração de sólidos lácticos ao final da evaporação (acima de 55 % de sólidos lácticos), no intuito de minimizar o gasto energético na câmara de

secagem, e, principalmente visando a saturação do produto em relação à lactose, o que favorecerá a etapa posterior de cristalização (PERRONE et al., 2011).

## 2.4. LACTOSE E SUAS PROPRIEDADES

A lactose é o dissacarídeo predominante 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 (2010), 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 média de 4,8 % (WALSTRA & JENNESS, 1984). Segundo Perrone (2010), no soro de leite concentrado por evaporação a vácuo pode apresentar aproximadamente 48 % de lactose. A Figura 02 mostra os isômeros da lactose.



**Figura 02** – Estrutura química dos isômeros da lactose.

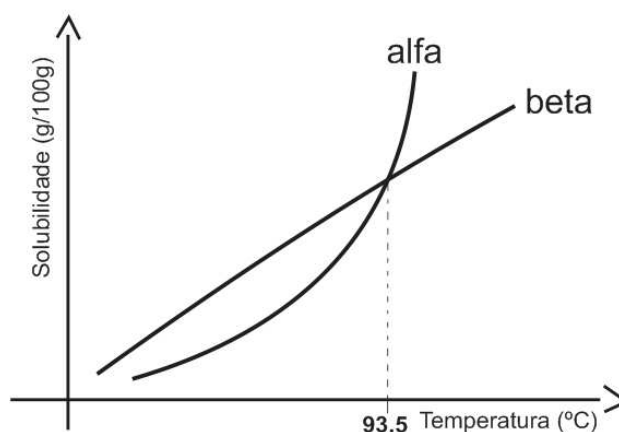
No leite e no soro de leite, a lactose está presente na forma de alfa lactose e beta lactose. Os açúcares que possuem átomos de carbono assimétricos são opticamente ativos, suas soluções desviam o plano de polarização da onda de luz polarizada que os atravessa. De acordo com Fox (1998), a forma estrutural da  $\alpha$ -lactose pode ser convertida na forma estrutural beta através da mudança na posição da hidroxila e do hidrogênio no grupo redutor. As duas formas que a lactose se encontra diferem em relação a sua rotação específica e seu ponto de fusão. A  $\alpha$ -lactose apresenta rotação

específica em água a 20 °C de  $D=89,4^\circ$  e um ponto de fusão de 201,6 °C, enquanto a  $\beta$ -lactose a 20 °C também em água apresenta rotação de  $D=35^\circ$  e um ponto de fusão de 252,2 °C (NICKERSON, 1974).

Em uma solução, recém preparada, de qualquer uma das duas mudará sua rotação específica com o decorrer do tempo à medida que tem lugar seu equilíbrio com a outra forma, esse é denominado de equilíbrio mutarrotacional (Wastra & Jannes, 1984). Esse equilíbrio é estabelecido quando uma solução de lactose a 25 °C possui 62,25 % de sua lactose na forma beta e 37,75 % na forma alfa em solução (Whittier, 1994).

No ponto de vista tecnológico o que vai diferir entre  $\alpha$ -lactose e a  $\beta$ -lactose é a solubilidade distintas entre elas, onde a da alfa  $7 \text{ g}\cdot 100\text{g}^{-1}$  de água e da beta  $50 \text{ g}\cdot 100\text{g}^{-1}$  de água a 15 °C. Essa propriedade é um fator importante na cristalização, uma vez que, ao concentrar o leite ou soro, a forma alfa lactose é a primeira a atingir a condição de saturação, ao saturar ocorre um desbalanço entre as proporções de  $\alpha$  e  $\beta$ , ocorrendo então o fenômeno de mutarrotação onde parte da beta se transforma em alfa afim de se estabelecer novamente o equilíbrio mutarrotacional entre elas na solução (beta/alfa=1,68) (Fox, 1998).

De acordo com a Figura 03 até a temperatura de 93,5 °C a solubilidade da  $\alpha$ -lactose é menor, acima dessa temperatura ocorre uma inversão onde a  $\alpha$ -lactose passa ser maior solubilidade quando comparada com a  $\beta$ -lactose a uma mesma temperatura.



**Figura 03** – Equilíbrio mutarrotacional entre alfa e beta lactose.

De acordo com a solubilidade da lactose em diferentes temperaturas, durante o processamento do soro, seja na etapa de evaporação ou

cristalização, a temperatura é sempre inferior a 93,5 °C. Desta forma, ocorre apenas a formação de cristais de  $\alpha$ -lactose, uma vez que esta apresenta uma menor solubilidade dentro a faixa de temperatura trabalhada. A alfa lactose cristaliza como hidrato, contendo quantidades equimoleculares de lactose e água, sendo seus cristais duros e não hidroscópicos (Walstra & Jenness, 1984).

Segundo Bobbio & Bobbio (1992), a solubilidade média da lactose a 20 °C é de 20 g·100g<sup>-1</sup> água, enquanto que a solubilidade da glicose é de 107 g·100g<sup>-1</sup> água e da galactose é 50 g·100g<sup>-1</sup> água.

A lactose é um açúcar redutor, ou seja, possuem grupos aldeídos ou cetonas livres na sua estrutura, já os açúcares não redutores (a sacarose) possuem esses agrupamentos interligados por uma ligação glicosídica. Como todo açúcar redutor, a lactose participa da reação de escurecimento não enzimático, popularmente conhecida como reação de Maillard, que através de uma reação complexa que interage um açúcar redutor (lactose) que dará seu grupamento carbonila (C=O) vindo de um aldeído ou cetona livre com um grupamento amina (NH<sub>2</sub>) de aminoácidos. Quando se trata de produtos cuja matéria prima é o leite, a lisina é o principal aminoácido a participar da reação, por apresentar dois grupamentos aminas em sua estrutura. Os produtos dessa reação são compostos de coloração escura (Melanoidinas). As melanoidinas são os últimos compostos gerados nessa reação por essa ser a condição de menor energia para o sistema, ou seja, as mais estáveis termodinamicamente (RENHE, 2011).

Segundo Renhe (2011) as principais consequências da reação de Maillard no leite e em seus derivados são:

- 1) diminuição do valor nutritivo devido ao bloqueio dos resíduos de lisina, a qual ao se interagir com o açúcar redutor não fica mais disponível para a digestão, acarretando também a perda de um aminoácido essencial;
- 2) produção de compostos que geram sabor e aroma;
- 3) formação de compostos antioxidantes nas etapas mais avançadas da reação;
- 4) desenvolvimento de coloração amarronzada devido as melanoidinas que são formadas no final da reação.

Os principais fatores que influenciam na reação de Maillard são:

1) Temperatura: a reação ocorre tanto em temperaturas elevadas quanto em temperaturas reduzidas, durante o processamento ou armazenamento do alimento. A elevação da temperatura resulta no aumento rápido da velocidade de escurecimento, aumentando de duas a três vezes para cada incremento de 10 °C. A temperatura afeta a composição do pigmento formado, aumentando o teor de carbono do polímero, bem como a intensidade do pigmento. A temperatura também se relaciona com a energia de ativação requerida que é de aproximadamente 100 kJ/mol.

2) pH do meio: a velocidade da reação é a máxima a pH próximo da neutralidade, pois para que ocorra a reação entre o açúcar redutor e o grupo amina, é preciso que o par de elétrons do nitrogênio do aminoácido esteja livre, o que ocorre quando o pH é elevado. Quando se tem um pH mais baixo, o íon  $H^+$  protona o grupo amina ( $-NH_3^+$ ), não existindo, nessa condição, o par de elétrons livre para reagir com o açúcar redutor, conseqüentemente diminuindo o pH, ocorre também a diminuição da velocidade da reação de Maillard. Em pH muito baixo na presença do ácido ascórbico, ocorre a reação de escurecimento provocada pela oxidação da vitamina C (ARAUJO, 2011);

3) Atividade de água: baixa atividade de água ( $A_w$ ) restringe a mobilidade dos reagentes e o escurecimento é reduzido; já em valores de atividade de água mais altas (maior do que 0,9) ocorre uma diluição dos reagentes, e a taxa de escurecimento cai (FELLOWS, 2006);

4) Natureza do carboidrato: a velocidade é maior em monossacarídeos do que em dissacarídeos (RENHE, 2011);

5) Natureza do aminoácido: a reatividade dos aminoácidos envolvidos na reação de Maillard é distinta. A lisina, com seu grupo amina épsilon, é mais reativo, pois o grupo amina encontra-se afastado da influência do grupo COOH. Nessa situação, a densidade do par de elétrons é maior no grupo amina livre e, por conseguinte, maior também é a sua disponibilidade. O pH afeta a velocidade da reação em função do ponto isoelétrico do aminoácido (ARAUJO, 2011);

6) Presença de inibidores: o dióxido de enxofre é eficiente no controle da reação de Maillard, ele atua como inibidor da reação, bloqueando a carbonila e prevenindo a condensação desses compostos pela formação irreversível de sulfonatos e a conseqüente formação de melanoidinas (ARAUJO, 2011).

Devido ao alto teor de lactose presente no soro concentrado, o processo de secagem por atomização de soro (remoção rápida do solvente) implica na formação de um elevado percentual de lactose no estado amorfo que é altamente higroscópica, tornando-a uma prática desafiadora para a indústria de laticínios, proporcionando uma menor temperatura de transição vítrea do produto e maiores chances de adesão e empedramento do pó (SCHUCK, 2010). Segundo Hynd (1980) a aglomeração de partículas do soro, ocorre devido a substituição de parte da lactose amorfa por cristalina durante a secagem ou armazenamento, empedrando o produto. A fim de minimizar esse problema é realizada a etapa de cristalização da lactose, anterior a secagem, reduzindo a quantidade de lactose amorfa e assim tornando o soro em pó um produto não higroscópico e conseqüentemente aumentando sua estabilidade.

Ao concentrar o soro, a lactose atinge um estado de saturação, promovendo uma diferença de potencial químico entre lactose solúvel e cristalina, essa diferença considerada a força motriz para o processo de cristalização (efeito termodinâmico), sendo de relevante importância para a formação de novas partículas dispersas em suspensão (cristais de lactose).

O controle ou a prevenção à cristalização de diversos produtos alimentícios depende do conhecimento da cinética do processo, bem como das suas interações com propriedades de transferência de massa, energia e quantidade de movimento durante a formação dos cristais (agitação durante a cristalização) e no armazenamento. Para a formação dos cristais duas etapas são importantes, a formação dos núcleos e o crescimento dos cristais. Alguns fatores são determinantes para a cristalização da lactose, sendo eles: teor final de lactose na solução; temperatura; agitação; tempo e viscosidade (PERRONE, 2010).

De acordo com Perrone (2010) e Schuck (2010), o teor de lactose em solução final dependerá do teor inicial de lactose no soro e da concentração de sólidos ao final da evaporação; geralmente o processo de evaporação é finalizado quando atinge o teor de sólidos solúveis de 50 a 60 °Brix. O decréscimo da temperatura implicará em uma menor solubilidade da lactose favorecendo a cristalização, uma vez que a temperaturas mais elevadas esse açúcar está mais solúvel e à medida que se reduz a temperatura menor é sua solubilidade. Por isso, um dos objetivos de se realizar a cristalização a temperaturas entre 20 °C a 30 °C é favorecer uma maior taxa de cristalização.

A agitação e “viscosidade” tem fundamental importância no processo de cristalização, uma vez que auxilia na difusão das moléculas de lactose na solução para formação dos núcleos de cristalização e crescimento destes cristais (Schuck, 2010).

De acordo com Walstra et al. (2001), quando a concentração de lactose na solução é 2,1 vezes o valor de saturação, se produz rapidamente a cristalização espontânea, provavelmente porque a nucleação primária é homogênea. Quando a concentração de lactose é menor que 1,6 vezes o valor da saturação, geralmente é necessário à adição de sementes de cristais para induzir a cristalização.

Segundo Masters (2002), o soro em pó, quando obtido sem prévia cristalização, é um pó muito fino, higroscópico e com grande tendência a agregação de partículas coloidais, o que se deve à presença de lactose em grandes concentrações na matriz em um estado vítreo ou amorfo, que ao submeter à remoção rápida do solvente em equipamentos como *spray dryer*, a lactose passa para um estado gomoso (transição vítrea), acarretando a agregação das partículas do pó (empedramento ou *stickness*), fazendo-se portanto necessária a cristalização prévia da lactose.

A mudança de estado de uma partícula em uma matriz conhecida como transição vítrea, ocorre a uma temperatura conhecida como temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) que pode variar de acordo com a composição específica do produto. A  $T_g$  é alterada de acordo com o teor de umidade do produto, que está diretamente relacionada a mobilidade molecular e volume livre, resultando em mudanças significativas nos produtos (AHMED; RAMASWAMY; KHAN, 2005; ROOS & KAREL, 1991).

De acordo com Písecký (1997) para uma cristalização eficiente afim de evitar com que o produto possa sofrer o processo de transição vítrea durante o processo secagem ou durante sua estocagem é necessário no mínimo 70 % de cristalização da lactose.

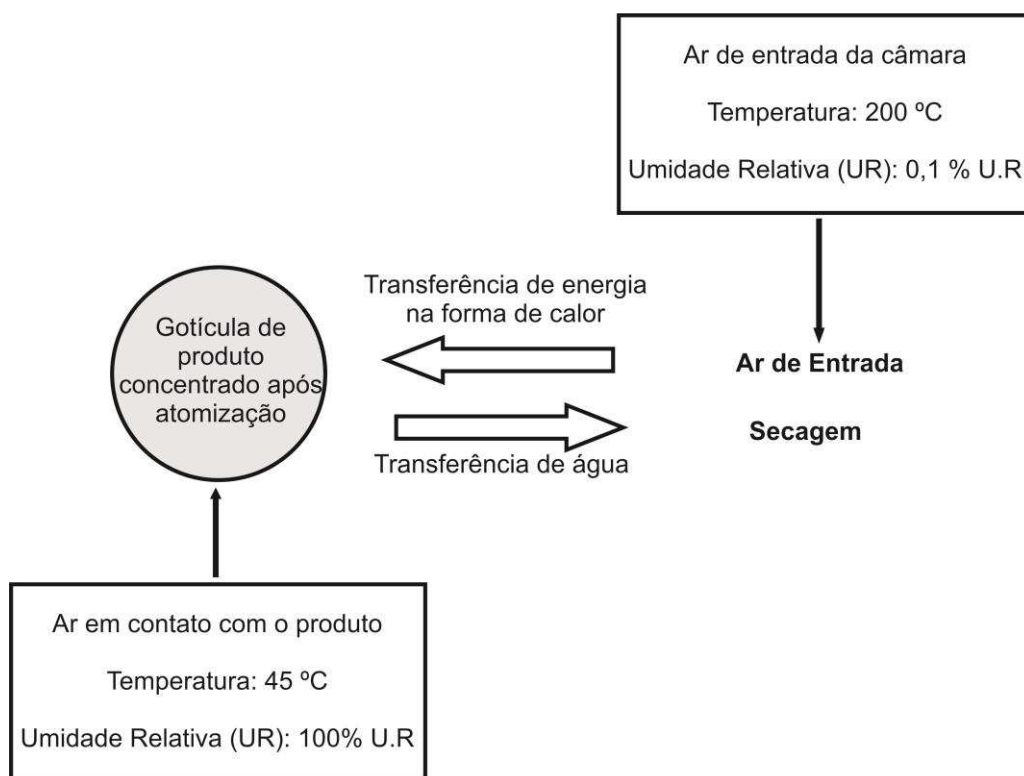
A cristalização do soro concentrado pode ser realizada ou não pela adição de núcleos de cristalização, lactose microcristalina ou soro em pó, seguida de agitação e controle da temperatura (PERRONE, 2010).

Desta forma a etapa de cristalização da lactose se torna um ponto crítico dentro do processo de produção do soro em pó, uma vez que não realizada ou se não atingir o percentual de cristalização de lactose desejado, superior a 70

%, pode acarretar na obstrução ou empedramento do produto dentro do equipamento durante o processamento, sendo necessário paralisar a produção, demandando tempo, perdas econômicas e impactando em sua qualidade final (FOSTER, 2002).

## 2.5. SECAGEM POR ATOMIZAÇÃO

A secagem dos líquidos por atomização ou pulverização, frequentemente chamada de secagem por atomização ou “*spray drying*”, consiste em atomizar ou pulverizar o produto a ser seco sobre forma de pequenas gotículas em uma corrente de ar quente de maneira a obter um pó. Quando um alimento é colocado em uma corrente de ar com baixa umidade relativa e a temperaturas elevadas (em média 200 °C), é formada espontaneamente uma diferença de temperatura e pressão parcial de água entre o alimento e o ar, resultando em uma transferência de energia na forma de calor do ar para o produto e uma transferência de água do produto para o ar, sendo que o ar em contato com a partícula láctea atomizada possui temperatura de 45 °C (SILVEIRA et al., 2013). De acordo com Schuck et al. (2010), as pequenas gotículas formadas e a grande área superficial das mesmas resultam em uma rápida evaporação da água a uma temperatura relativamente baixa, minimizando os danos térmicos ao produto. O princípio da secagem por atomização pode ser observado pela Figura 04.



**Figura 04** - Princípio da secagem por atomização

Fonte: Schuck et al., 2010

As principais funções da atomização são produzir gotículas do produto com grande relação superfície-massa, resultando em uma elevada taxa de evaporação, menor densidade, formação de pequenas gotículas, maior distribuição de tamanho, quantidade de ar ocluso e o teor de água (SILVEIRA et al., 2013).

Segundo Schuck (2009), esta etapa de atomização é diretamente responsável por algumas vantagens apresentadas na secagem em *spray dryer*: o curto tempo de secagem das gotículas do produto e de retenção das partículas em um ambiente com alta temperatura e, além disso, a produção do pó desejado, a partir de um determinado líquido, com grande estabilidade de armazenamento e transporte.

Existem três tipos de atomizadores, o atomizador bico de dois fluidos, o disco centrífugo e o bico de pressão. Algumas vantagens e desvantagens desses sistemas de atomização são apresentadas na Tabela 03.

**Tabela 03** – Características dos sistemas de atomização.

	Vantagens	Desvantagens
Atomizador centrífugo ou disco de atomização	Flexibilidade, elevada taxa de fluxo, possibilidade de trabalhar com produtos de elevadas viscosidade e teor de sólidos	Investimento e custo de manutenção dos aparatos de atomização, aumenta a quantidade de ar ocluso e diminui a densidade do pó
Bico de pressão	Diminui a quantidade de ar ocluso e aumenta a densidade do pó, melhora a fluidez do pó, possibilita aglomerações intensas, baixo investimento no bico	Elevado custo de manutenção da bomba de alta pressão, desgaste das partes que compõem os bicos (principalmente ao trabalhar-se com cristais de lactose), limitações quanto a viscosidade e teor de sólidos do produto de alimentação
Bico de dois fluidos	Adequado a produtos sensíveis e elevadas pressões	Aumenta a quantidade de ar ocluso e diminui a densidade do pó

Fonte: Schuck et al (2012), Westergaard (2004), Masters (2002).

Em relação aos sistemas de secagem, três tipos são os principais utilizados pelas indústrias. Na secagem em único estágio, emprega-se apenas a câmara de secagem para transformar o leite ou soro concentrados em pó, o que produz um pó particulado caracterizado pela baixa solubilidade em água. Na secagem em dois estágios, além da câmara de secagem, emprega-se o fluidizador, acarretando na obtenção de um pó aglomerado, com características superiores de solubilidade. A associação de dois fluidizadores com capacidade de evaporação junto à câmara de secagem caracteriza o processo de secagem em três estágios e em intensa aglomeração do pó (WESTERGAARD, 2001).

Segundo Schuck (2001), as propriedades dos produtos lácteos desidratados são influenciadas por fatores que envolvem as condições de operação dos equipamentos, as características da matéria prima e as condições de estocagem.

Conforme Roos (2001), elevadas temperaturas empregadas durante a secagem, em associação com a presença de água residual nos estágios finais

da secagem produzem a pegajosidade, a agregação de partículas coloidais e a adesão do soro em pó ao equipamento.

De acordo com Schuck et al. (2008), a quantidade máxima de umidade em um produto lácteo desidratado deve ser definida pelo valor da atividade de água, sendo desejado um valor próximo a 0,2.

Durante a secagem por atomização ocorre a evaporação de água de forma muito rápida que, apesar da saturação, a lactose não pode se cristalizar, permanecendo portanto, no produto final, como lactose amorfa (NICKERSON, 1974; ROOS; JOUPPILA; KANSIKAS, 1997). A lactose amorfa é muito higroscópica e pode causar problemas de aglomeração durante e após a secagem. Para evitar as aglomerações, deve-se reduzir ao máximo a quantidade de lactose em sua forma amorfa, cristalizando-a antes de submeter a secagem, sendo o cristal de  $\alpha$ -lactose mono-hidratada não higroscópico (BERLIN; ANDERSON; PALLANSCH, 1970; HOLSINGER, 1997).

De acordo com Fox & McSweeney (1998); Schuck et al. (2010), para aumentar o prazo de conservação do soro em pó deve-se realizar: o controle da acidez do soro, cristalização da lactose e temperatura do ar de saída câmara de secagem (inferior a 100 °C) no intuito de evitar a transformação de lactose amorfa em cristalina durante a secagem, o que acarreta em aglomeração e adesão do produto no equipamento. As curvas de sorção, conforme Jouppila & Roos (1994), são drasticamente afetadas pela presença de lactose amorfa.

### **3. OBJETIVOS**

#### **3.1. OBJETIVO GERAL**

Avaliar o efeito do tipo de cristalizador na eficiência da cristalização da lactose em soro de leite concentrado por meio de dois equipamentos que dispõem de diferentes formas de agitação (Tanque 1 – com agitador central e Tanque 2 – com agitador periférico).

#### **3.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

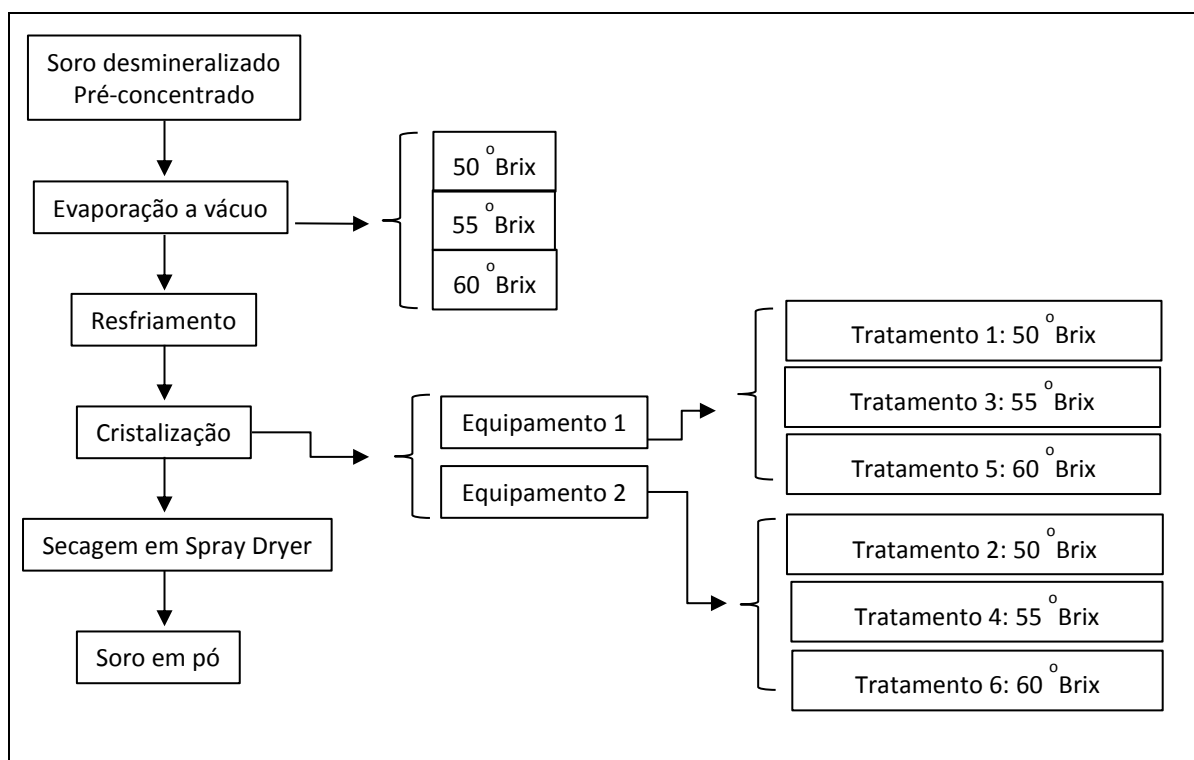
- Modelar matematicamente a cinética da cristalização da lactose em diferentes condições experimentais.
- Caracterizar a cristalização da lactose por meio da microscopia óptica.

- Produzir e caracterizar o soro em pó obtido a partir dos diferentes tratamentos.
- Determinar a composição centesimal do soro concentrado e do soro em pó.
- Determinar a microestrutura dos pós produzidos meio de Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).
- Analisar o tamanho das partículas do pó durante reidratação (via líquida).

## 4. MATERIAL E MÉTODOS

### 4.1. DELINEAMENTO EXPERIMENTAL

Os trabalhos de evaporação a vácuo, cristalização e secagem foram desenvolvidos na Plataforma Inovaleite no Departamento de Tecnologia de Alimentos (DTA) – UFV, Viçosa, MG. O delineamento experimental executado é apresentado na Figura 05.



**Figura 05** – Delineamento experimental aplicado no experimento.

O delineamento experimental utilizado foi composto de seis Tratamentos (T) na qual serão utilizados dois tanques de cristalização (Tanque 1: com agitador central e Tanque 2: com agitador periférico) e três concentrações de sólidos solúveis no final da evaporação a vácuo distintas (50 °Brix, 55 °Brix e 60 °Brix), sendo, (T1: 50 °Brix cristalizado no equipamento 1; T2: 50 °Brix cristalizado no equipamento 2; T3: 55 °Brix cristalizado no equipamento 1; T4:

55 °Brix cristalizado no equipamento 2; T5: 60 °Brix cristalizado no equipamento 1; T6: 60 °Brix cristalizado no equipamento 2).

Conforme a Figura 05, apenas duas variáveis compõem o experimento (teor de sólidos solúveis no final da evaporação e os diferentes equipamentos de cristalização), sendo assim, os demais atributos que podem influenciar na cristalização e no produto final obtido foram padronizadas para mínima interferência durante a execução do estudo, como por exemplo, padronização da taxa de resfriamento do produto, velocidade de agitação no tanque de cristalização, tempo de cristalização e os parâmetros de secagem em *spray dryer*, foram constantes para todos os tratamentos sendo descritos com mais detalhes a diante.

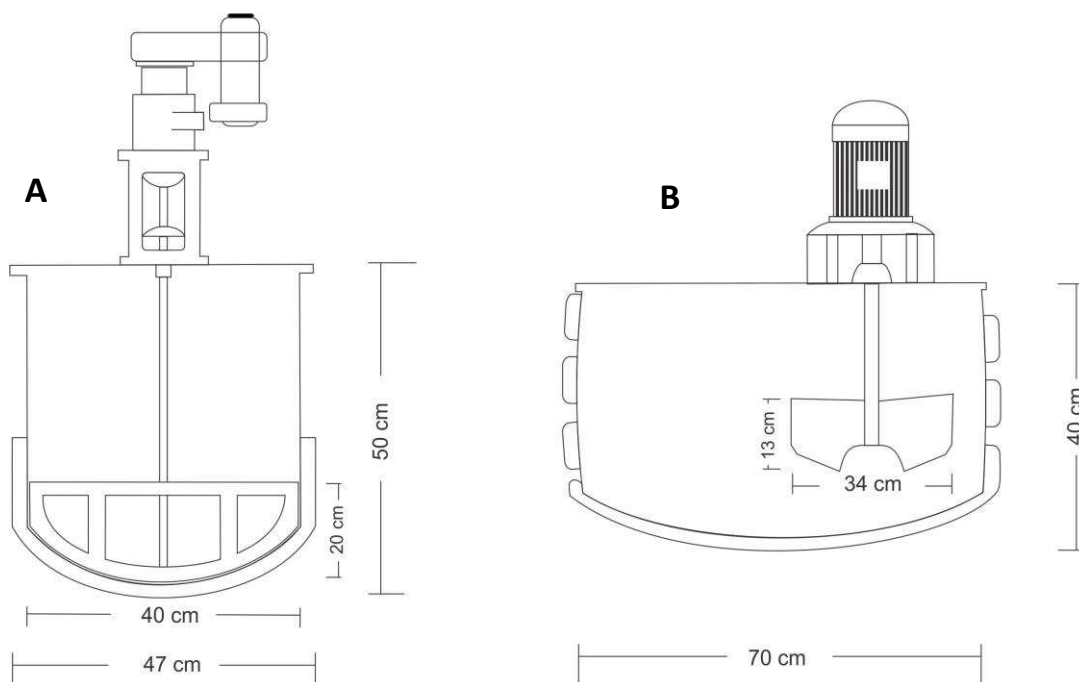
#### 4.2. EVAPORAÇÃO A VÁCUO

Essa etapa foi conduzida em um evaporador (tacho) de único efeito da marca Treu®, reduzido a pressão interna do equipamento entre 45 - 55 cm Hg, alimentado por um soro pré-concentrado desmineralizado ( $33 \pm 1$  °Brix) obtido em parceria com a Indústria de Laticínios Porto Alegre, Ponte Nova, MG.

A concentração do soro se deu até a obtenção da concentração de sólidos solúveis desejável para compor os tratamentos, sendo, 50 °Brix, 55 °Brix e 60 °Brix, determinada através de um refratômetro digital da marca Biobrix® modelo 2WAJ-D.

#### 4.3. CRISTALIZAÇÃO DA LACTOSE

A cristalização do soro foi dada imediatamente após o término da evaporação a vácuo, o soro concentrado desmineralizado com teor de sólidos padronizado foi transferido para dois diferentes tanques de cristalização, estes diferiam em relação ao modo de agitação. Sendo o tanque de cristalização 1 (tacho aberto de camisa dupla da marca Inoxul® com capacidade de 50 litros provido de um agitador central) e o tanque de cristalização 2 (tanque misturador da marca Global Inox® com capacidade para 100 litros com agitador periférico), conforme a Figura 06.



**Figura 06** – A) Tanque de cristalização 1 – com agitador central; B) Tanque de cristalização 2 – com agitador periférico.

Ambos equipamentos eram construídos em aço inoxidável, com parede dupla que permitia a circulação indireta de água para resfriamento do soro e dotados de agitador com controle de rotação. A rotação foi padronizada em ambos tanques para 50 rotações por minuto, contudo este procedimento não padronizou a velocidade tangencial do fluido durante a cristalização.

O resfriamento foi iniciado juntamente com a adição do soro nos tanques de cristalização por meio da circulação indireta na camisa do equipamento de água industrial a temperatura média de  $24 \pm 2$  °C, até a temperatura do soro atingir valor próximo a 30 °C. Nesta etapa de resfriamento foi calculado a taxa de resfriamento em °C por minuto até alcançar a temperatura desejada.

O volume de soro adicionado em cada um dos tanques para etapa de cristalização foi de 40 % em relação sua capacidade, suficiente para o cobrir a superfície do agitador.

O tempo de permanência no cristalizador foi de 240 minutos.

Durante a etapa de cristalização foram coletadas amostras de soro em cada um dos 2 tanques de cristalização em intervalos de 20 minutos, a partir do tempo zero até 240 minutos, em dois pontos específicos em cada tanque (Figura 07), obtendo pontos para construção da curva de cinética de cristalização da lactose. As amostras coletadas foram submetidas a determinação do teor de sólidos solúveis (°Brix) através de um refratômetro

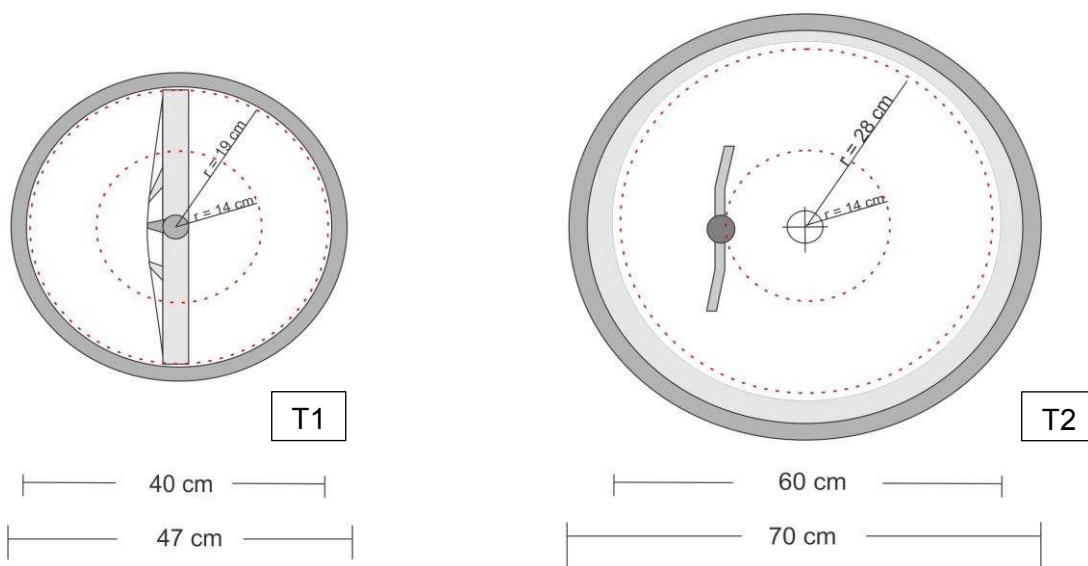
digital da marca Biobrix® modelo 2WAJ-D. A partir dos resultados obtidos foram determinados os percentuais de cristalização da lactose de acordo com a Equação 01 sugerida por Westergaard (2001).

$$\% Cr = \frac{(B_1 - B_2) \times 9500 \times 100}{LAC \times EST \times (95 - B_2)} \quad (01)$$

Em que: Cr = Cristalização; B1 = °Brix inicial (tempo zero); B2 = °Brix final (após cristalização); LAC = % de lactose no Extrato Seco Total; EST = % de Extrato Seco Total.

Nesta etapa determinaram-se as equações que relacionam o percentual de cristalização da lactose e sólidos solúveis com o tempo, e, a variação do teor de sólidos solúveis durante a cristalização através do software excel 2014.

Os dois pontos de amostragem utilizados no experimento pode ser representado pela Figura 07, sendo as amostras coletadas simultaneamente em cada ponto em ambos tanques. Os dados obtidos das amostras coletadas com raio de 14 cm foram a amostragem padrão para todo experimento e os dados coletados das amostras na parede do equipamento (raio 19 e 28 cm, respectivamente para o tanque 1 e 2), apenas para comparação de resultados, sendo eles apresentados na discussão deste trabalho.



**Figura 07** – Vista superior dos tanques de cristalização 1 (com agitador central) e 2 (com agitador lateral) e os respectivos raios para coleta de amostra.

As amostras coletadas em intervalos de 20 minutos durante a cristalização (com raio de 14 cm em ambos tanques) foram submetidas a análise de microscopia óptica para caracterização da cristalização da lactose,

utilizando entre 0,003 a 0,005 gamas de amostra de acordo com a metodologia descrita por Martinez (1990), feita então a visualização da distribuição dos cristais de lactose por meio de um microscópio óptico da marca Leica® modelo DMLS com aumento de 100 vezes seguindo do registro das fotos em uma câmera fotográfica digital da marca Sony modelo W350.

Após o período de 240 minutos de cristalização o soro concentrado de cada um dos tanques foi transferido para cubas distintas de aço inoxidável e submetidos a refrigeração em câmara fria a 10 °C por aproximadamente 12 horas sem sofrer agitação até a etapa de seguinte de secagem.

#### 4.4. SECAGEM POR ATOMIZAÇÃO

O soro concentrado após etapa de cristalização permaneceu por 12 horas sob refrigeração a aproximadamente 10 °C até a etapa secagem do soro em *spray dryer*. O soro refrigerado foi aquecido em banho maria até 40 °C e submetido a operação de secagem em um equipamento de 1 efeito da marca Niro Atomizer® modelo Minor Production com capacidade de secagem de 20 L·h<sup>-1</sup>, vazão de ar de secagem de 670 kg·h<sup>-1</sup>. As condições técnicas de operação do *spray dryer* foram: 160-170 °C de temperatura no ar de entrada da câmara, 80 °C a 85 °C de temperatura no ar de saída.

O soro em pó obtidos foram embalados a vácuo e armazenados ao abrigo de luz.

#### 4.5. ANÁLISES ESTATÍSTICAS

As análises estatísticas foram obtidas por meio da análise de comparação de médias (anova) seguindo do teste de Tukey com nível de probabilidade de 0,05 e para comparação de medias de dados pareados o teste “t” de Student (p=0,05). As equações de ajuste das retas foram obtidas pelo Excel (pacote office 2013).

#### 4.6. ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS

A determinação da composição físico-química se deu segundo Pereira (2001). Sendo o teor de proteínas realizado pelo método Kjeldahl, adotando fator de conversão de nitrogênio para proteína de 6,38 (International Dairy Federation 20B:1993); conteúdo de lipídeos pelo método de Gerber (FIL ISO1737); teor de água total pelo método gravimétrico (FIL 15B: 1988); teor de

resíduo mineral fixo (cinzas) seguindo o método gravimétrico após calcinação das amostras em mufla a 550 °C e teor de lactose por Diferença entre o teor de sólidos totais e os teores de sólidos determinados.

A atividade de água do soro em pó foi determinada a temperatura de 25°C, em um determinador Aqualab (Decagon 3TE, Decagon Devices Inc., USA).

#### 4.7. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

A morfologia e a distribuição do tamanho das partículas das amostras de soro em pó foram avaliadas sem preparação prévia por microscopia eletrônica de varredura (Hitachi TM 3000, Hitachi Ltd., Tokyo, Japan). Três diferentes ampliações (50x, 300x e 2000x) foram utilizadas na caracterização das amostras. Além dos seis tratamentos uma amostra de soro em pó comercial (fonte confidencial) foi avaliada para efeitos de comparação.

#### 4.8. ANÁLISE DO TAMANHO DE PARTÍCULA POR DIFRAÇÃO A LASER

A distribuição do tamanho das partículas dos pós durante processo de reidratação foi obtida utilizando o analisador de difração a laser Beckman Coulter LS 13 320 (Beckman Coulter, Miami, FL, EUA) acoplado ao módulo de análise líquida (Aqueous liquid module, Beckman Coulter, Miami, FL, EUA). Quantidades suficientes das amostras para gerar a turbidez necessária às leituras foram adicionadas ao reservatório do módulo de análise líquida contendo água a temperatura ambiente. A adição das amostras foi realizada lentamente para impedir a formação de aglomerados. O processo de reidratação dos pós durante recirculação no equipamento foi acompanhado durante 10 min através de coletas de dados de 1 min cada. Os resultados foram obtidos utilizando o índice de 1,332 para o meio dispersante (água) e 1,53 para as partículas (cristais de lactose) de acordo com Bushill et al. (1965); Mimouni et al. (2005) e foram representados pelo % de volume ocupado pelas partículas em função do seu tamanho.

## **5. RESULTADOS E DISCUSSÃO**

### **5.1. EVAPORAÇÃO A VÁCUO**

As condições de evaporação a vácuo empregas para os três tratamentos (50, 55 e 60 °Brix) seguido de seus valores médios e variações são apresentadas na Tabela 04.

**Tabela 04** – Atributos para a evaporação do soro pré-concentrado nos tratamentos realizados (50, 55 e 60 °Brix) (n=3).

Atributos	Valor		
	50 °Brix	55 °Brix	60 °Brix
Temperatura de entrada do soro pré-concentrado (°C)	29,7±1,7	23,2±2,0	29,2±4,0
Temperatura de evaporação (°C)	65,8±6,0	59,9±7,0	57,4±6,7
Temperatura da água condensada na camisa (°C)	65,2±8,4	65,2±11,4	72,0±11,3
Pressão do vapor a alta pressão (kgf·cm <sup>-2</sup> )	1,7±0,7	1,5±0,5	1,2±0,4
Pressão reduzida pelo sistema de vácuo (cm Hg)	55,7±3,1	52,3±7,2	53,5±5,4
Teor de sólidos solúveis inicial do soro pré-concentrado (°Brix)	31,7±2,3	33,9±0,4	33,8±1,1
Teor de sólidos final do soro concentrado (°Brix)	49,3±1,3	55,5±0,7	60,5±1,8
Tempo em evaporação (minutos)	188,3±57,7	180,0±42,7	161,6±72,3
Massa de soro (kg)	102,8±10,5	112,1±2,3	106,8±6,4
Fator de concentração	1,56±0,02	1,75±0,15	1,96±0,04
Massa de evaporado (kg)	36,9±4,5	48,0±6,0	52,3±2,2
Taxa de evaporação (kg·h <sup>-1</sup> )	12,5±2,3	16,6±4,3	21,6±7,2

Os experimentos foram realizados no intuito de simular um processo industrial controlado e padronizado. As temperaturas, redução da pressão interna do equipamento e porcentagem de sólidos solúveis foram registradas durante toda a evaporação dos soros.

O fator de concentração desejado para a produção de soro concentrado é igual a 10, segundo Westergaard (2001), como em todo experimento partiu-se de um soro pré-concentrado o valor obtido para o fator de concentração foi inferior. A concentração final do soro na etapa de evaporação impacta no favorecimento da cristalização da lactose que é a próxima etapa do processamento.

A composição centesimal média dos soros concentrados desmineralizados obtido após concentração a pressões reduzidas obtido no experimento é apresentada na Tabela 05.

**Tabela 05** – Composição centesimal do soro concentrado desmineralizado obtido após concentração (n=3).

	Umidade (%m·m <sup>-1</sup> )	Sólidos Totais (%m·m <sup>-1</sup> )	Proteínas (%m·m <sup>-1</sup> )	Gordura (%m·m <sup>-1</sup> )	Lactose * (%m·m <sup>-1</sup> )	RMF (%m·m <sup>-1</sup> )
50 °Brix	51,5 <sup>a</sup> ± 1,4	48,5 <sup>c</sup> ± 1,4	6,8 <sup>b</sup> ± 0,7	0,2 <sup>a</sup> ± 0,1	38,7 <sup>c</sup> ± 1,4	3,0 <sup>a</sup> ± 0,3
55 °Brix	45,4 <sup>b</sup> ± 1,4	54,6 <sup>b</sup> ± 1,4	5,3 <sup>c</sup> ± 0,3	0,2 <sup>a</sup> ± 0,1	46,0 <sup>b</sup> ± 1,3	3,4 <sup>a</sup> ± 0,6
60 °Brix	36,9 <sup>c</sup> ± 1,4	63,1 <sup>a</sup> ± 1,4	8,1 <sup>a</sup> ± 0,5	0,2 <sup>a</sup> ± 0,1	51,7 <sup>a</sup> ± 1,2	3,5 <sup>a</sup> ± 0,7

As médias seguidas da mesma letra, não diferem entre si pelo Teste de Tukey, ao nível de 5% de probabilidade.

\* Calculado por diferença.

RMF: resíduo mineral fixo.

O maior fator de concentração obtido favoreceu uma maior concentração dos sólidos no soro em estudo, diferenciando os tratamentos em relação à composição físico-química. O teor de gordura foi padronizado através do desnate do soro antes das etapas de concentração.

Na Tabela 06 encontra-se o teor de lactose nos diferentes soros concentrados em relação ao teor de umidade e de sólidos totais.

**Tabela 06** – Composição dos soros com diferentes concentrações obtidos por evaporação a vácuo (n=3).

Constituinte	Soro com 50 °Brix	Soro com 55 °Brix	Soro com 60 °Brix
Teor de sólidos totais (%m/m)	48,5 <sup>c</sup> ± 1,4	54,6 <sup>b</sup> ± 1,4	63,1 <sup>a</sup> ± 1,4
Porcentagem de lactose nos sólidos (%m/m)	79,2 <sup>b</sup> ± 1,8	83,6 <sup>a</sup> ± 1,2	81,5 <sup>ab</sup> ± 1,2
Massa de lactose em 100 g de água do produto (%m/m)	75,7 <sup>c</sup> ± 4,3	102,3 <sup>b</sup> ± 6,1	140,7 <sup>a</sup> ± 6,6

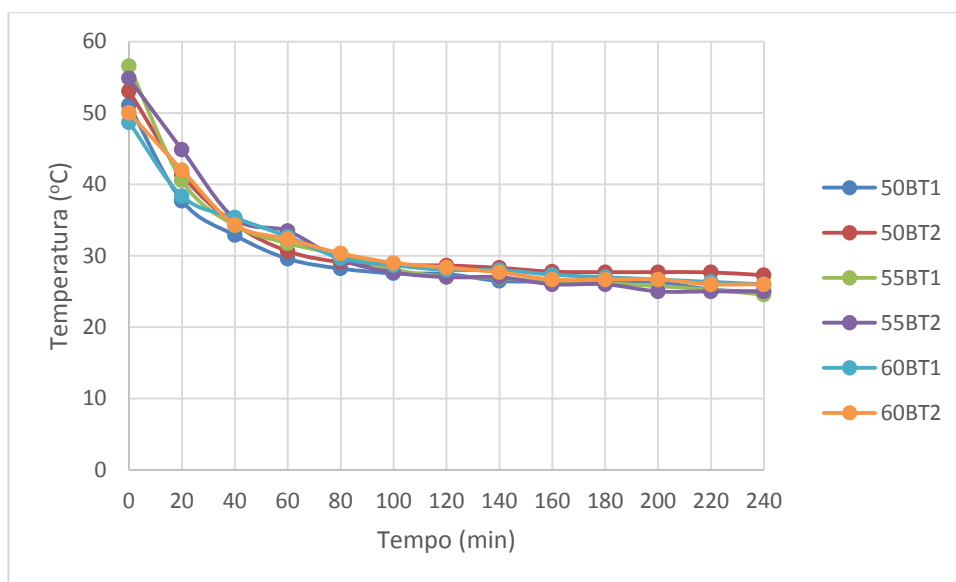
As médias seguidas da mesma letra, não diferem entre si pelo Teste de Tukey, ao nível de 5% de probabilidade.

O teste de Tukey aplicado à porcentagem de lactose nos sólidos e sobre a massa de lactose em 100 g de água indica que as médias que variaram significativamente entre si ao nível de 5 % de probabilidade. Com base neste resultado os soros que possuem diferentes concentrações de sólidos solúveis se relacionaram diretamente com o teor de lactose em 100 g de água, sendo

cada vez maior à medida que o produto é mais concentrado, impactando na etapa seguinte do processo que foi a cristalização da lactose.

## 5.2. RESFRIAMENTO

A taxa de resfriamento obtida desde a entrada do soro nos tanques de cristalização (Tanque 1 e Tanque 2) até o final da etapa de cristalização é apresentada pela Figura 08.



**Figura 08** – Taxa de resfriamento do soro concentrado após evaporação à vácuo nos diferentes tratamentos analisados (n=3).

Sendo: 50BT1: 50 °Brix no Tanque de cristalização 1; 50BT2: 50 °Brix no Tanque de cristalização 2; 55BT1: 55 °Brix no Tanque de cristalização 1; 55BT2: 55 °Brix no Tanque de cristalização 2; 60BT1: 60 °Brix no Tanque de cristalização 1 e 60BT2: 60 °Brix no Tanque de cristalização 2.

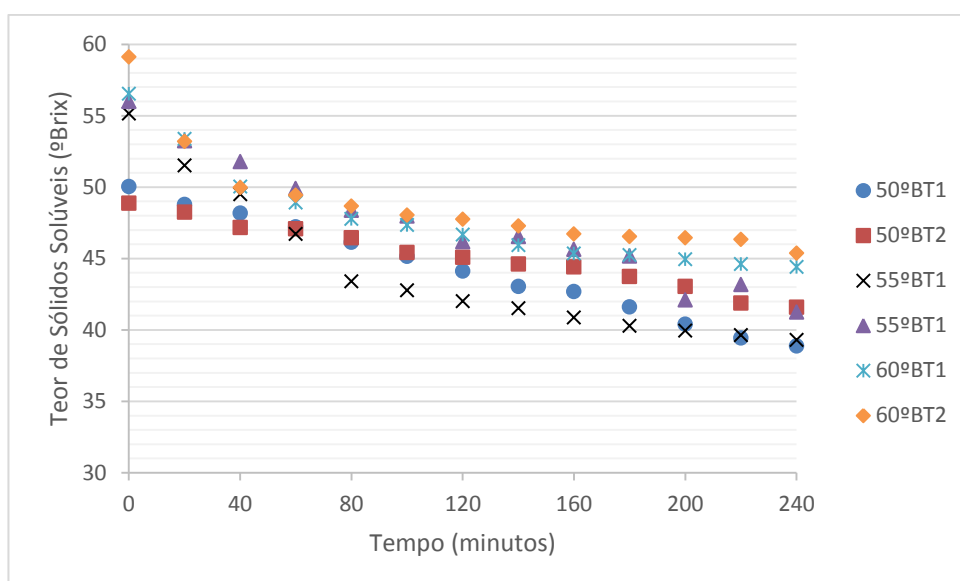
Nos primeiros 60 minutos de resfriamento, por meio da troca indireta de calor com água corrente industrial, atingiu-se a temperatura média de  $31,7 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1,4 \text{ }^{\circ}\text{C}$ . Nesta fase do resfriamento a taxa média obtida foi de  $-0,34 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,05 \text{ }^{\circ}\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ .

Segundo o teste de Tukey (5 %) a taxa de resfriamento não apresentou diferença significativa entre as médias obtidas em todos os tratamentos e nos dois diferentes tanques de cristalização, confirmando a hipótese de que o resfriamento ocorreu nas mesmas condições em todo experimento. Após os 60 minutos de cristalização a circulação de água na camisa dos tanques foi interrompida e o resfriamento ocorreu por meio da troca de calor com a água retida na camisa dos tanques de cristalização.

A etapa de resfriamento ocorreu no intuito de reduzir a solubilidade da lactose em água favorecendo a etapa posterior de cristalização, permitindo a nucleação natural para formação dos cristais de lactose.

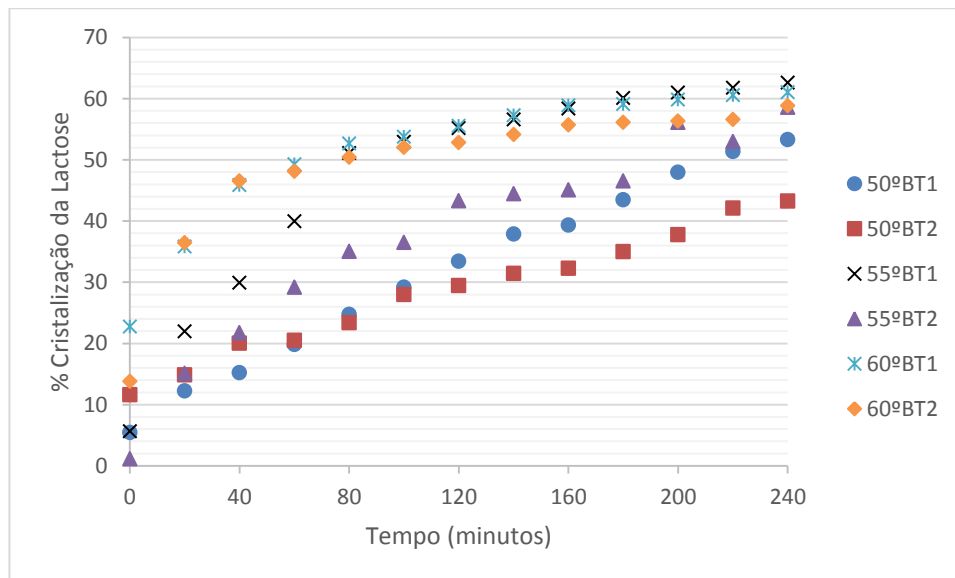
### 5.3. CRISTALIZAÇÃO DA LACTOSE

O monitoramento da cristalização da lactose nos dois tanques de cristalização logo após a retirada do soro concentrado do evaporador foi realizada e a partir dos resultados foi construída uma curva da redução do teor de sólidos solúveis e da cinética de cristalização durante 240 minutos para as três concentrações estudadas (Figuras 09 e 10).



**Figura 09** – Acompanhamento do teor de sólidos solúveis durante a etapa de cristalização da lactose em soro concentrado (50 °Brix, 55 °Brix e 60 °Brix) (n=3).

Sendo: T1: Tanque de cristalização 1 e T2: Tanque de cristalização 2.



**Figura 10** – Comportamento cinético de formação de cristais de lactose em soro concentrado (50 °Brix, 55 °Brix e 60 °Brix), durante etapa de cristalização (n=3).

Sendo: T1: Tanque de cristalização 1 e T2: Tanque de cristalização 2.

A Figura 09 demonstram o comportamento da cinética de cristalização medida através da variação do teor de sólidos solúveis em função do tempo, empregando refratômetro e a Equação 01, durante todo o período de cristalização que ocorreu em condições controladas de resfriamento ( $-0,34 \text{ } ^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ ), temperatura final de cristalização ( $25,6 \pm 1,0 \text{ } ^\circ\text{C}$ ) e agitação (50 rpm) em todos os tratamentos, sendo as variáveis do processo apenas o equipamento de cristalização que dispõem de dois tipos de agitador (Tanque 1 com agitador central e Tanque 2 com agitador periférico) e a concentração de sólidos solúveis ao final da evaporação (50 °Brix, 55 °Brix e 60 °Brix) que compõem os tratamentos.

A Figura 10 demonstram o comportamento do percentual de cristalização dos experimentos durante a etapa de cristalização do soro de leite concentrado a 50, 55 e 60 °Brix realizado nos dois diferentes tanques de cristalização.

O abaixamento do teor de sólidos solúveis ocorre devido à transição do estado físico das moléculas de lactose que passam de solúvel para uma nova fase dispersa (cristalina).

A porcentagem de cristalização da lactose alcançada ao final dos 240 minutos foi diferente para cada tanque, sendo no tanque 1 (com agitador

central), nas três concentrações estudadas, o que propiciou maiores valores para cristalização conforme a Tabela 07.

**Tabela 07** – Percentual de cristalização da lactose alcançado ao término da etapa de cristalização (n=3).

	Percentual de cristalização da lactose (%)		
	50 °Brix	55 °Brix	60 °Brix
Tanque 1	53,3 ± 2,3	62,6 ± 8,6	61,1 ± 8,4
Tanque 2	43,3 ± 7,7	58,6 ± 6,2	58,9 ± 7,8
Δ %Crist.	10,0 ± 5,0	4,0 ± 7,4	2,2 ± 8,1

Ao comparar as médias apresentadas na Tabela 07 referente aos Tanques 1 e 2 em uma mesma concentração, aplicando o teste t de student (bi-caudal,  $\alpha = 0,05$ ), o valor de p encontrado foi de 0,1771; 0,4038 e 0,0272 respectivamente para as concentrações de 50, 55 e 60 °Brix. Os resultados obtidos para ambas concentrações rejeita a hipótese nula, ou seja, existe diferença entre as médias obtidas do Tanque 1 em relação as médias do Tanque 2 em todas as concentrações estudadas.

A diferença das médias dos percentuais de cristalização ( $\Delta$  %Crist.) entre os tanques 1 e 2 foi decrescente a medida que aumenta o teor de sólidos solúveis do soro concentrado na saída do evaporador, tornando cada vez mais próximo os resultados obtidos nos dois tanques com o aumento da concentração ao final da evaporação, sendo uma relação não linear.

Observou-se por meios não analíticos que dentre os tratamentos estudados, aqueles com teores mais elevados de sólidos solúveis no soro apresentaram um aumento de sua viscosidade aparente (“viscosidade”), desta forma, uma maior resistência à agitação é gerada em ambos os tanques de cristalização, fazendo com que o fenômeno físico de agitação não ocorra de forma eficiente para os diferentes tratamentos, visto que o processo ocorreu em condições padronizadas em todo experimento. Ao elevar o teor de sólidos solúveis inicial para 60 °Brix os efeitos cinéticos e de “viscosidade” começam a perder força frente à força motriz de saturação, apresentando taxa de cristalização próxima ao do tratamento com 55 °Brix.

De acordo com estes resultados, principalmente a 50 °Brix há diferença entre os tipos de cristalizadores no tocante a cristalização da lactose em relação a porcentagem de lactose cristalizada obtida, indicando que o efeito

cinético (modo de agitador) é mais pronunciado do que o efeito termodinâmico do estado de equilíbrio (saturação de lactose) que é a força motriz para cristalização.

Para otimizar o processo visto a perda do efeito cinético frente ao aumento da “viscosidade”, uma maior velocidade de agitação do soro é necessária durante a etapa de cristalização, calculada de acordo com a concentração que se deseja trabalhar, podendo assim, obter o maior aproveitamento dos efeitos cinético e termodinâmico do estado de equilíbrio, favorecido pela agitação e saturação da lactose respectivamente.

Os percentuais de cristalização da lactose encontrados para todos tratamentos apresentados (Tabela 07) não estão de acordo com os descritos na literatura para processamento de soro desnatado com cristalização após a evaporação a vácuo (Schuck et al. 2004, Westergaard 2001 e por Knipschildt & Andersen 1994). Segundo Písecký (1997), um soro concentrado de boa qualidade para secagem deve apresentar um percentual de cristalização da lactose de no mínimo 70 %, o que não foi possível ser obtido nas condições do experimento.

Atualmente recomenda-se a concentração soro entre 50 °Brix e 60 °Brix, visando a cristalização da lactose para a produção de soro em pó (SCHUCK et al., 2010). Sendo os teores de sódios solúveis padronizado neste experimento encontra-se dentro do recomendado pela literatura, contudo para atingir o teor mínimo de 70 % de cristalização três ações seriam necessárias: um maior tempo de permanência no cristizador (tempo superior a 240 minutos); maior velocidade de agitação; e/ou presença de uma maior quantidade de núcleos de cristalização.

Os teores de cristalização médios obtidos neste experimento foram inferiores ao recomendado para a produção de soro em pó. A taxa de cristalização da lactose depende da saturação da solução de lactose, que é a força motriz deste fenômeno, dentre outros fatores que contribuem para o processo, como: agitação; taxa de resfriamento, temperatura; mobilidade de moléculas e tempo. Dentro das condições controladas no experimento depreende-se que um maior tempo de cristalização é necessário para que uma maior quantidade de moléculas de lactose se difundam para que a nova fase (estado sólido cristalino) seja formada e que os cristais desenvolvam, aumentando então a taxa de lactose cristalina.

Outra forma de se obter uma maior porcentagem de cristalização da lactose é através da adição de núcleos de cristalização (lactose em pó ou soro em pó), segundo Perrone (2010), a cristalização do soro concentrado por meio da nucleação secundária possibilita uma cristalização da lactose superior a 70 %, o que é fundamental para a obtenção de soro em pó pouco higroscópico.

Em termos industriais, pode-se obter a formação de um maior número de núcleos de cristalização através de uma menor taxa de resfriamento, conseqüentemente um maior número de cristais a serem formados. Contudo, o resfriamento rápido para ser obtido necessita de equipamentos específicos como o *flash cooler*, na qual demanda um determinado investimento financeiro.

A partir das curvas da cinética de cristalização obtidas determinou-se as equações de ajuste para todos tratamentos estudados, podendo ser determinadas diferentes relações entre seus termos (Tabelas 08, 09 e 10).

**Tabela 08** – Equações matemáticas resultantes do estudo da cristalização do soro concentrado (50 °Brix) em dois modelos diferentes de cristalizadores.

Tratamento	Tipo de relação	Equação	Equação e coeficiente de correlação
50 °Brix T1	Relação entre tempo (minutos) (x) e °Brix (y)	I	$y = -0,0469x + 49,895$ $R^2 = 0,9975$
50 °Brix T2		II	$y = -0,0294x + 48,716$ $R^2 = 0,9877$
50 °Brix T1	Relação entre tempo (minutos) (x) e % de cristalização da lactose (y)	III	$y = 0,1576x + 6,3496$ $R^2 = 0,9922$
50 °Brix T2		IV	$y = 0,1268x + 13,23$ $R^2 = 0,986$

Sendo: T1: Tanque de cristalização 1 (agitador central) e T2: Tanque de Cristalização 2 (agitador periférico).

**Tabela 09** – Equações matemáticas resultantes do estudo da cristalização do soro concentrado (55 °Brix) em dois modelos diferentes de cristalizadores.

Tratamento	Tipo de relação	Equação	Equação e coeficiente de correlação
55 °Brix T1	Relação entre tempo (minutos) (x) e °Brix (y)	I	$y = -0,06x + 51,233$ $R^2 = 0,8406$
55 °Brix T2		II	$y = -0,0546x + 54,03$ $R^2 = 0,9477$
55 °Brix T1	Relação entre tempo (minutos) (x) e % de cristalização da lactose (y)	III	$y = 0,1927x + 21,681$ $R^2 = 0,7903$
55 °Brix T2		IV	$y = 0,1909x + 11,484$ $R^2 = 0,9169$

Sendo: T1: Tanque de cristalização 1 (agitador central) e T2: Tanque de Cristalização 2 (agitador periférico).

**Tabela 10** – Equações matemáticas resultantes do estudo da cristalização do soro concentrado (60 °Brix) em dois modelos diferentes de cristalizadores.

Tratamento	Tipo de relação	Equação	Equação e coeficiente de correlação
60 °Brix T1	Relação entre tempo (minutos) (x) e °Brix (y)	I	$y = 0,1426x + 34,934$ $R^2 = 0,7462$
60 °Brix T2		II	$y = 0,1413x + 31,939$ $R^2 = 0,6156$
60 °Brix T1	Relação entre tempo (minutos) (x) e % de cristalização da lactose (y)	III	$y = -0,0424x + 52,859$ $R^2 = 0,8119$
60 °Brix T2		IV	$y = -0,0396x + 53,584$ $R^2 = 0,6959$

Sendo: T1: Tanque de cristalização 1 (agitador central) e T2: Tanque de Cristalização 2 (agitador periférico).

A utilização da equação I e II 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.

Este resultado é importante para as indústrias de concentração e cristalização soro, pois a medida do teor de sólidos solúveis é uma simples ferramenta para acompanhamento da cristalização com o tempo e a aplicação das equações pode prever o tempo necessário para uma redução desejada neste teor com as demais condições para cristalização controladas.

As equações III IV apresentadas podem ser empregadas para prever o tempo necessário para um percentual de cristalização desejado em condições

controladas de cristalização em soro desnatado desmineralizado, apresentando grande valia prática, pois possibilitam a previsão e controle do processamento industrial, conforme os atributos estabelecidos.

Ao aplicar as equações III e IV dos soros cristalizados no intuito de prever o tempo mínimo necessário para que 70 % da lactose cristalize, foi encontrado um tempo mínimo em minutos desde a saída do evaporador apresentados na Tabela 11.

**Tabela 11** – Tempo em minutos necessário para atingir no mínimo 70 % de cristalização da lactose em soro concentrado para cada tratamento.

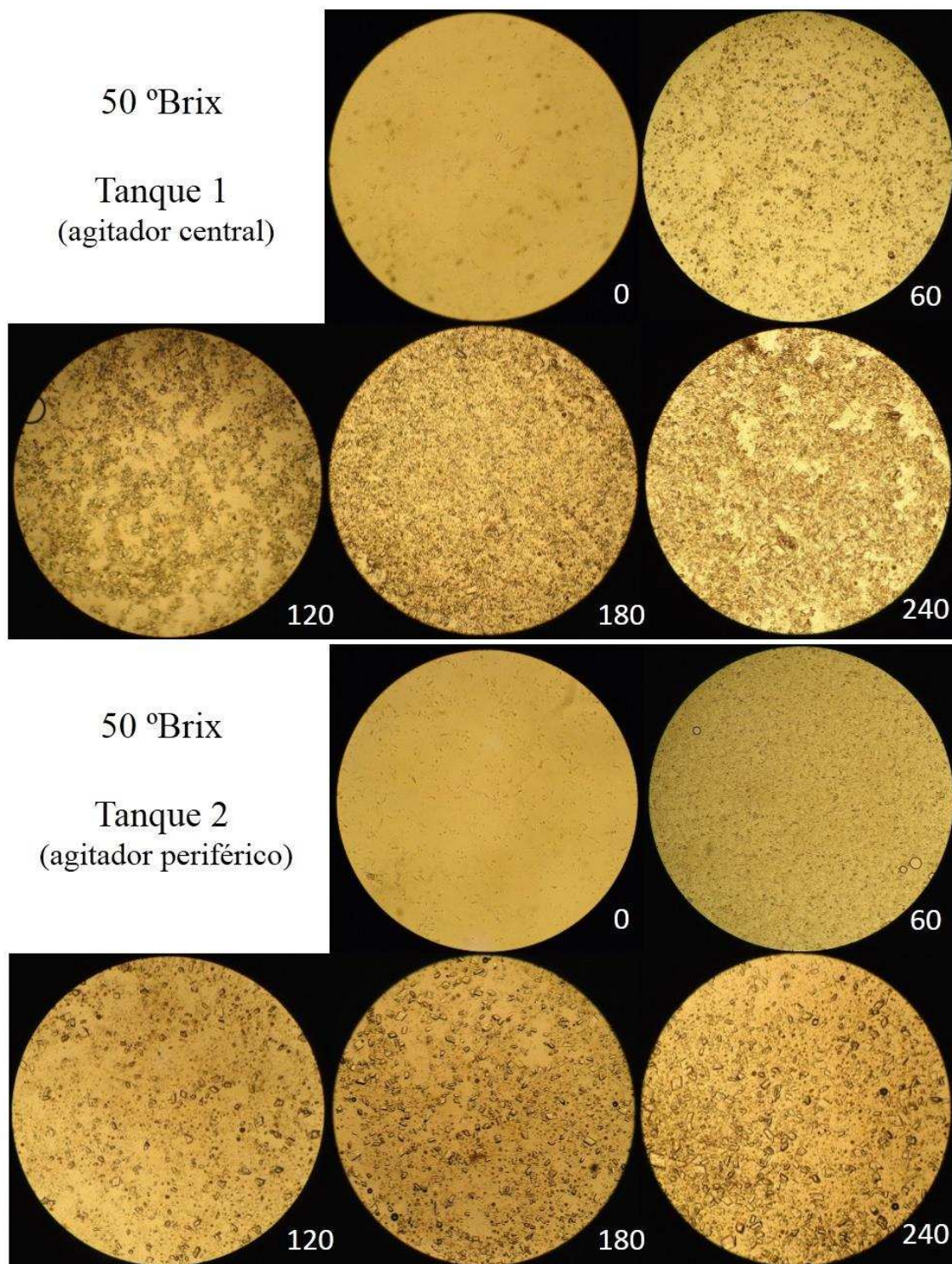
Tratamento	Tempo (minutos) para atingir 70 % de cristalização da lactose
50 °Brix T1	404
50 °Brix T2	448
55 °Brix T1	250
55 °Brix T2	306
60 °Brix T1	404
60 °Brix T2	414

Sendo: T: tanque.

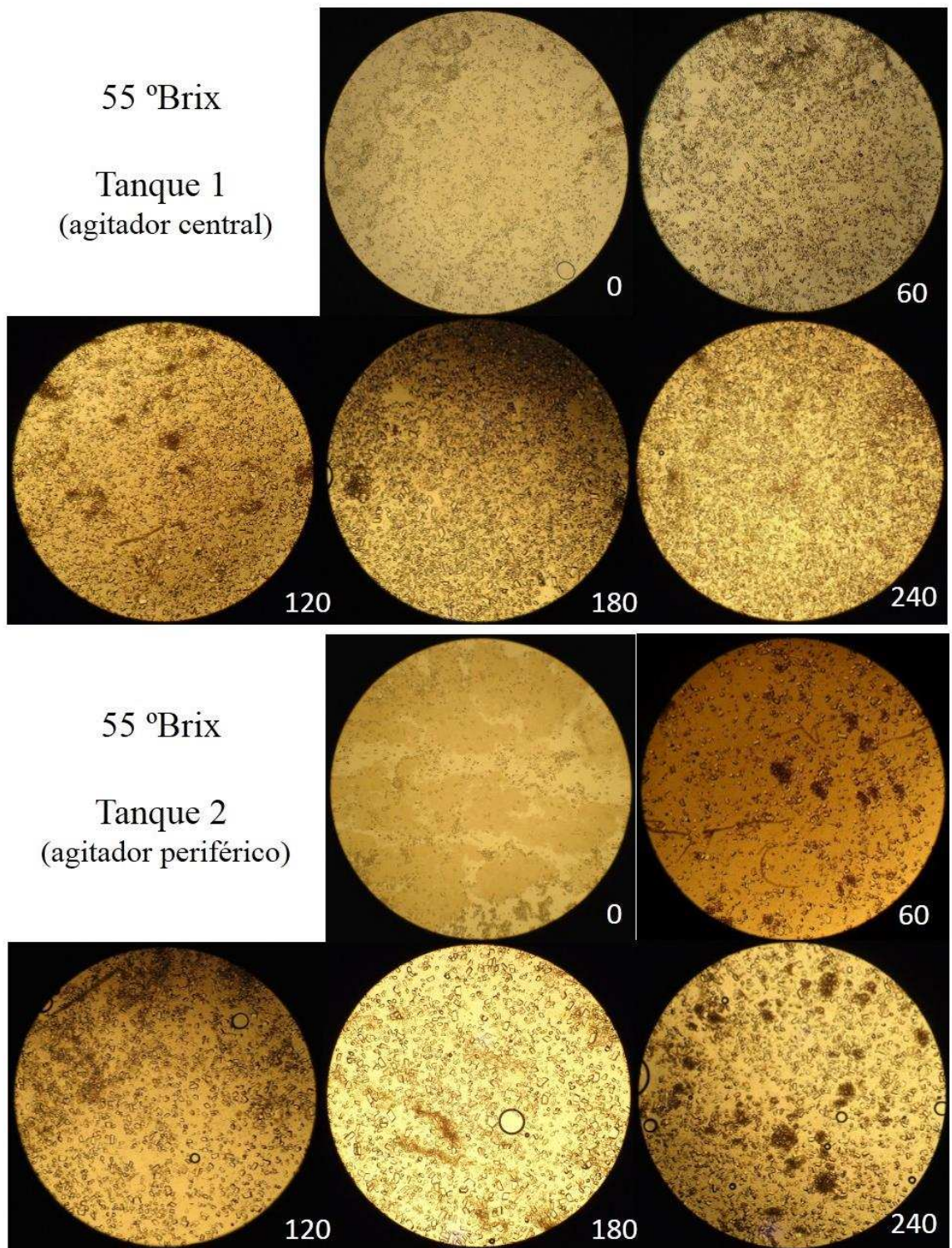
Conforme a Tabela 11 o Tanque de cristalização 2 (com agitador periférico) apresentou um maior tempo necessário para alcançar o mínimo de 70 % de cristalização da lactose desejável, indicando uma menor eficiência cinética quanto ao tipo de agitação em relação ao Tanque 1 (com agitador central) que em todas concentrações avaliadas apresentou o menor tempo. Segundo Písecký (1997) este é o percentual mínimo estabelecido para uma cristalização eficiente afim de evitar com que o produto possa sofrer o processo de transição vítrea durante o processo secagem ou sua estocagem.

O menor tempo obtido para etapa de cristalização é de fundamental importância para indústria produtora de soro em pó, podendo com isso aumentar sua produtividade e também impactando na redução de custos operacionais.

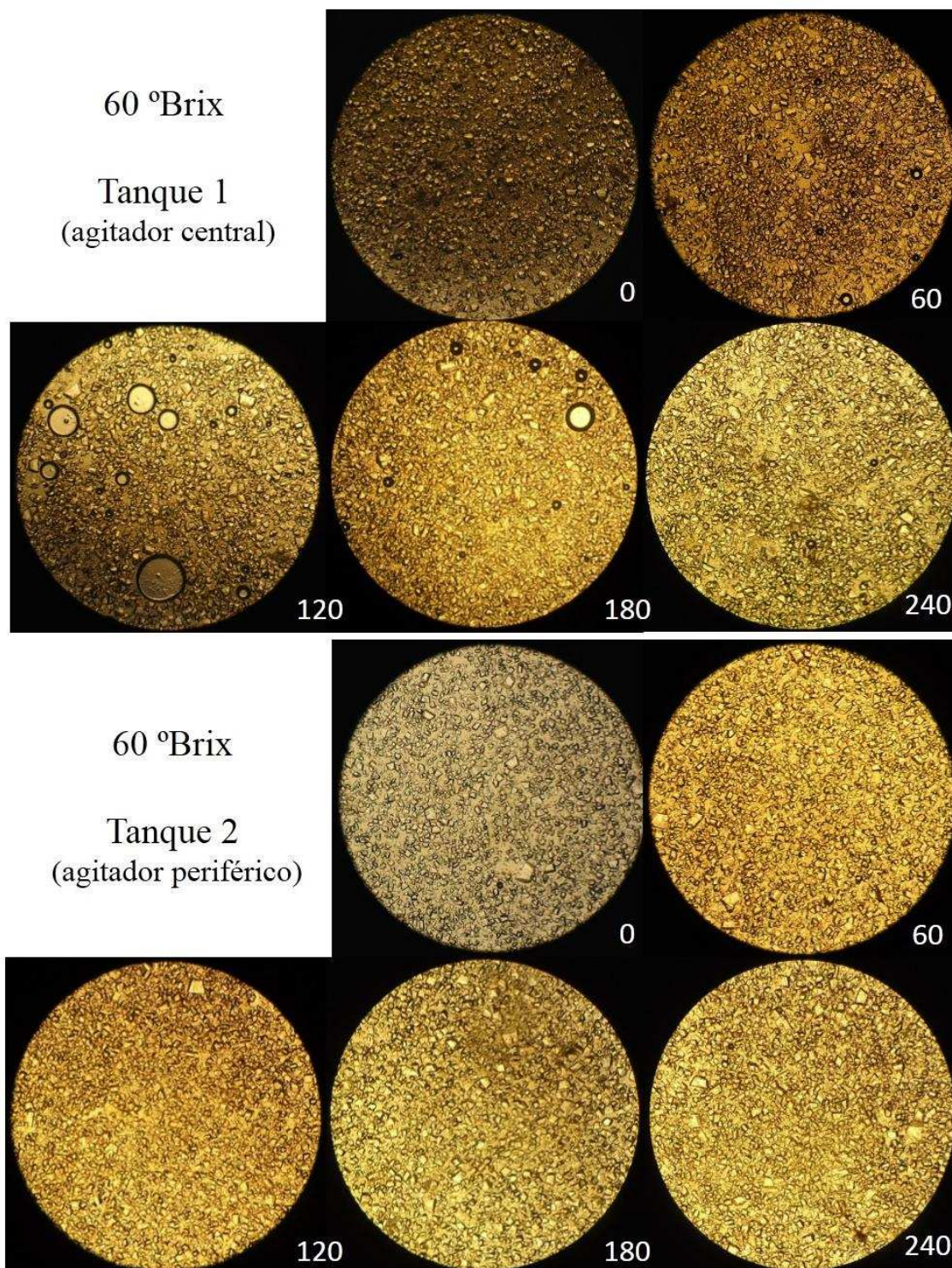
As Figuras 11, 12 e 13 demonstram fotos dos cristais de lactose durante o acompanhamento da etapa de cristalização até 240 minutos, obtidas em microscópio óptico com aumento de 100x, sendo as amostras coletadas para essa análise com raio de 14 cm em ambos tanques.



**Figura 11** – Acompanhamento da cristalização de 0-240 min por meio da microscopia óptica a partir do soro com concentração de 50 °Brix nos tanques 1 e 2 (aumento 100x).



**Figura 12** – Acompanhamento da cristalização de 0-240 min por meio da microscopia óptica a partir do soro com concentração de 55 °Brix nos tanques 1 e 2 (aumento 100x).



**Figura 13** – Acompanhamento da cristalização de 0-240 min por meio da microscopia óptica a partir do soro com concentração de 60 °Brix nos tanques 1 e 2 (aumento 100x).

De acordo com as Figuras 11 e 12, referente a concentração de 50 e 55 °Brix, observou-se um maior efeito cinético pelo modo que se deu a agitação nos Tanque 1 e Tanque 2, demonstrado pelo perfil de cristalização da lactose

no produto, onde, no Tanque 1 estes se encontram melhor distribuídos e em maiores quantidades, configurando uma cristalização mais eficiente.

Na concentração de 60 °Brix (Figura 13), devido maior efeito termodinâmico dos estados de equilíbrio provocado pelo aumento da concentração de lactose, ocorreu formação de grande número de cristais de lactose e com uma boa distribuição similar em ambos os tanques de cristalização. Nestes tratamentos o efeito termodinâmico do estado de equilíbrio prevaleceu sobre o efeito cinético devido uma maior viscosidade do produto a ser cristalizado, não o diferenciando como nas concentrações mais baixas os Tanques 1 e 2.

Segundo Walstra et al. (2001) a cristalização ocorre de forma instantânea quando o atinge o valor de 2,1 vezes a saturação da lactose, caracterizando pelo rápido aparecimento dos cristais de lactose. Sendo a solubilidade da lactose em solução de 20 g·100g<sup>-1</sup> de água 20 °C (FOX, 1998), a partir de 43 g·100g<sup>-1</sup> caracteriza pelo rápido aparecimento dos cristais de lactose no soro concentrado. De acordo com os resultados apresentados na Tabela 06 a concentração de lactose em g·100g<sup>-1</sup> água em todos os tratamentos apresentaram-se acima da zona de saturação estipulada (43 g·100g<sup>-1</sup>), fazendo com que o aparecimentos de vários cristais logo no início da cristalização seja evidente.

A Tabela 12 apresenta os resultados do teor de sólidos solúveis e percentual de Cristalização ao final dos 240 minutos da etapa de cristalização em condições controladas e do mesmo soro concentrado após sair da referida etapa e ser submetido a refrigeração em a temperatura de 10 °C por um período de aproximadamente 12 horas sem agitação, antes da próxima etapa que é da secagem em *spray dryer*.

**Tabela 12** – Teor de sólidos solúveis e percentual de cristalização ao final da cristalização e após 12 horas de refrigeração (n=3).

Tratamento	°Brix no final da cristalização	°Brix após 12 horas a 10 °C	% Cristalização no final da cristalização	% Cristalização após 12 horas a 10 °C	Δ %Crist.
50BT1	38,9 ± 2,5	36,6 ± 2,2	53,3 ± 2,3	61,3 ± 1,7	8,0
50BT2	41,6 ± 4,1	37,7 ± 2,4	43,3 ± 7,7	57,1 ± 0,8	14,9
55BT1	39,3 ± 2,0	35,1 ± 2,2	62,6 ± 8,6	72,9 ± 6,1	10,3
55BT2	41,2 ± 1,0	37,0 ± 2,4	58,6 ± 6,2	68,9 ± 8,4	10,3
60BT1	44,0 ± 3,7	42,1 ± 1,1	61,1 ± 8,4	66,3 ± 5,5	5,2
60BT2	45,0 ± 3,7	42,9 ± 1,5	58,9 ± 7,8	64,4 ± 6,6	5,5

Sendo: B: °Brix e T: Tanque.

Após retirada do soro concentrado dos tanques de cristalização e serem submetidos a refrigeração em câmara fria o teor de sólidos solúveis continuou reduzindo, ou seja, a formação e crescimento dos cristais de lactose ainda ocorreu durante o período de resfriamento do soro, mesmo assim não atingindo os 70 % desejável na maioria dos tratamentos.

Como esperado o tratamento com concentração 60 °Brix apresentou um menor redução dos sólidos solúveis durante o resfriamento realizado após a cristalização, devido maior “viscosidade” do produto que é um dos limitantes a cristalização quanto a mobilidade de moléculas na solução para formação e crescimento dos cristais.

Conforme os resultados apresentados na Tabela 12, o resfriamento a baixas temperaturas não favorece a cristalização, uma vez que ocorre nestas condições um aumento da “viscosidade” do produto. Industrialmente, quando há necessidade de manter o soro no tanque de cristalização por um período maior do que o necessário para se atingir o teor de cristalização desejável, deve-se então resfria-lo para minimizar a crescimento microbiano, sendo este acompanhado do controle da acidez do produto. O resfriamento deve ser realizado sob agitação constante para evitar deposição dos cristais de lactose, mantendo-os sempre dispersos.

Durante o experimento foram coletadas amostras simultaneamente do centro e próximo a parede do tanque, conforme ilustrado na Figura 07, a comparação dos resultados obtidos encontram-se na Tabela 13.

**Tabela 13** – Comparação entre o teor de sólidos solúveis e % de cristalização da lactose nas diferentes concentrações analisadas avaliando regiões diferentes de amostragem em cada um dos tanques (n=3).

	Tanque 1						Tanque 2					
	Parede			Centro			Parede			Centro		
	B1	B2	%Cr	B1	B2	%Cr	B1	B2	%Cr	B1	B2	%Cr
50 B	50	39	53	50	39	53	49	41	44	49	42	43
55 B	54	41	55	56	39	63	55	44	47	56	41	59
60 B	59	44	61	57	44	61	60	45	59	59	45	59

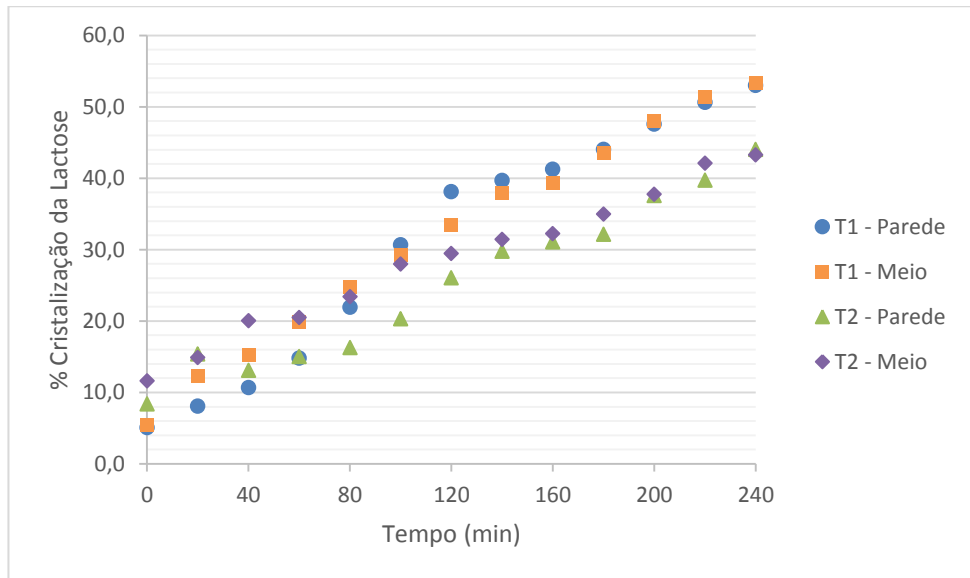
Sendo: B: Brix; B1: Brix inicial; B2: Brix final e Cr: Cristalização.

Observando os dados apresentados na Tabela 13 na concentração de 50 °Brix não houve diferença entre as regiões central e próxima a parede indicando uma agitação homogênea em toda área do tanque.

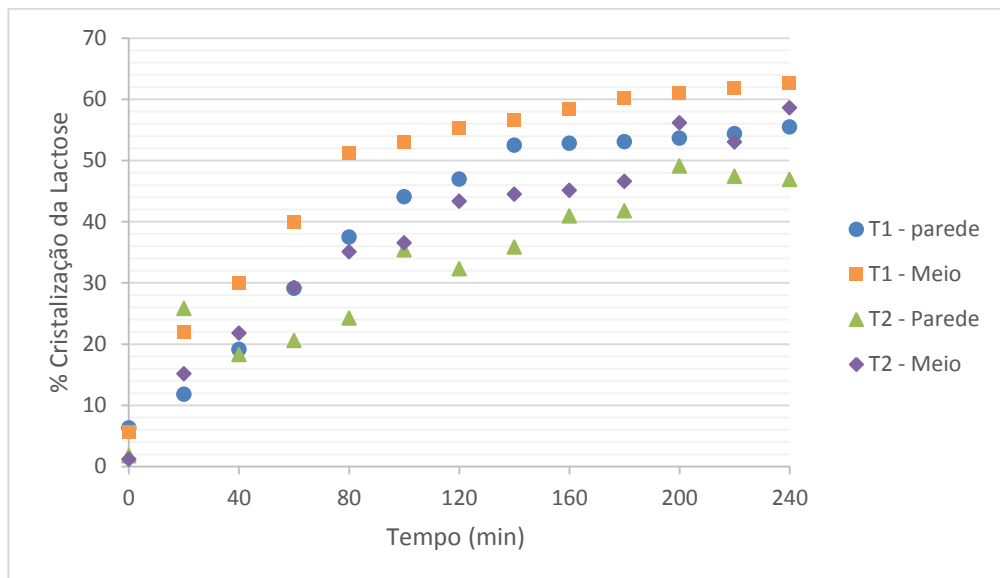
O tratamento com 55 °Brix apresentou uma maior porcentagem de cristalização na região central em ambos os tanques, configurando uma cristalização não homogênea, indicando necessitar de um maior efeito cinético de agitação nos tanques.

O tratamento com 60 °Brix apresentou cristalização nas duas regiões idênticas, apesar de ter a contribuição cinética comprometida pela maior “viscosidade” o efeito termodinâmico do estado de equilíbrio foi maior devido a saturação da lactose nesta concentração, obtendo, portanto uma cristalização homogênea em toda região dos dois tanques.

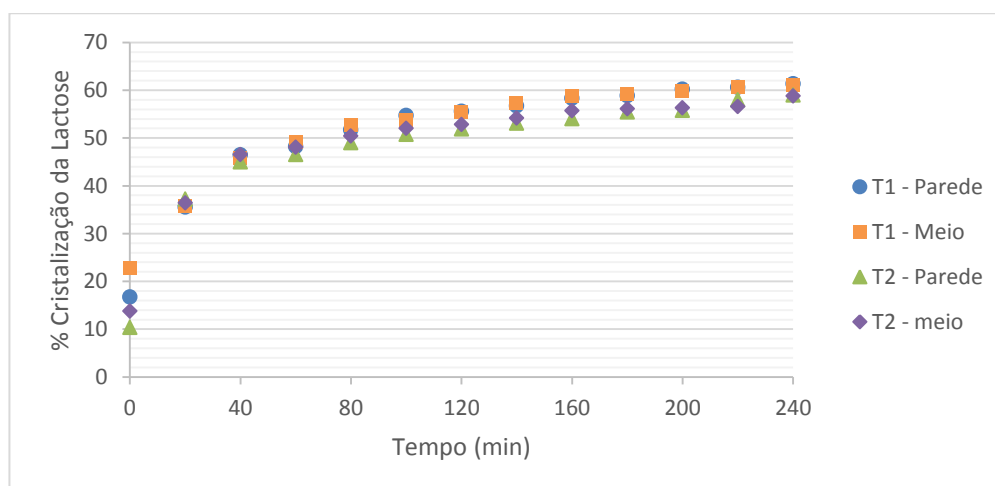
As Figuras 14, 15 e 16 demonstram graficamente a cinética de cristalização obtida em ambas regiões em todos tratamentos avaliados.



**Figura 14** – Comportamento cinético da cristalização da lactose em soro concentrado (50 °Brix, 75,7 g de lactose em 100g de água do produto) comparando amostras coletadas próximo a parede e no centro do equipamento em ambos tanques de cristalização (n=3).



**Figura 15** – Comportamento cinético da cristalização da lactose em soro concentrado (55 °Brix, 102,3 g de lactose em 100g de água do produto) comparando amostras coletadas próximo a parede e no centro do equipamento em ambos tanques de cristalização (n=3).



**Figura 16** – Comportamento cinético da cristalização da lactose em soro concentrado (60 °Brix, 140,7 g de lactose em 100g de água do produto) comparando amostras coletadas próximo a parede e no centro do equipamento em ambos tanques de cristalização (n=3).

#### 5.4. SECAGEM POR ATOMIZAÇÃO

As condições de secagem foram padronizadas para todos tratamentos sendo empregada uma temperatura de entrada do ar de secagem entre 160 °C a 170 °C e temperatura de saída do produto entre 80 °C a 85 °C, controlada por meio da vazão de entrada do produto no *spray dryer*. A vazão do ar de secagem foi de 670,84 kg·h<sup>-1</sup> e o tempo médio de secagem igual a 40 minutos.

Os resultados das análises físico-químicas dos pós obtidos são apresentados na Tabela 14.

**Tabela 14** – Composição físico-química do soro em pó obtido (n=3).

Trat.	Umidade (% m/m)	Sólidos Totais (% m/m)	Proteínas (% m/m)	Gordura (% m/m)	Lactose * (% m/m)	RMF (% m/m)
50BT1	4,4 <sup>a</sup> ± 0,4	95,7 <sup>a</sup> ± 0,4	12,9 <sup>a</sup> ± 1,6	0,6 <sup>a</sup> ± 0,3	76,7 <sup>a</sup> ± 2,1	5,3 <sup>a</sup> ± 0,6
50BT2	4,1 <sup>a</sup> ± 0,6	95,9 <sup>a</sup> ± 0,7	12,6 <sup>a</sup> ± 0,8	0,7 <sup>a</sup> ± 0,2	76,9 <sup>a</sup> ± 1,1	5,8 <sup>a</sup> ± 0,5
55BT1	4,2 <sup>a</sup> ± 1,5	95,5 <sup>a</sup> ± 1,5	10,0 <sup>a</sup> ± 3,2	0,4 <sup>a</sup> ± 0,2	79,2 <sup>a</sup> ± 3,8	5,9 <sup>a</sup> ± 1,2
55BT2	4,8 <sup>a</sup> ± 1,7	95,2 <sup>a</sup> ± 1,7	9,9 <sup>a</sup> ± 4,7	0,4 <sup>a</sup> ± 0,2	79,0 <sup>a</sup> ± 4,6	5,6 <sup>a</sup> ± 0,1
60BT1	4,3 <sup>a</sup> ± 0,4	96,4 <sup>a</sup> ± 1,8	12,9 <sup>a</sup> ± 1,4	0,7 <sup>a</sup> ± 0,3	76,3 <sup>a</sup> ± 1,8	5,5 <sup>a</sup> ± 0,3
60BT2	4,1 <sup>a</sup> ± 0,6	95,9 <sup>a</sup> ± 0,6	12,2 <sup>a</sup> ± 0,9	0,7 <sup>a</sup> ± 0,3	77,2 <sup>a</sup> ± 0,9	5,8 <sup>a</sup> ± 0,5

As médias seguidas da mesma letra, não diferem entre si pelo Teste de Tukey, ao nível de 5% de probabilidade.

\* Calculado por diferença.

Sendo: Trat.: Tratamento; B: Brix; T: tanque de cristalização e RMF: resíduo mineral fixo.

De acordo com a Tabela 14 todos os soros em pó obtidos apresentaram composição físico-química sem diferença significativa entre as médias segundo teste de Tukey ao nível de 5 % de probabilidade, isso devido a padronização das condições de operação do equipamento no processo de secagem.

A atividade de água e teor de umidade do pó são apresentados na Tabela 15.

**Tabela 15** – Teores de umidade e de atividade de água médios para os soro em pó obtidos em concentrações diferentes nos tanques de cristalização 1 e 2 (n=3).

	Atividade de Água ( $A_w$ )	Teor de Água (%m/m)	Correlação de Person
50 °Brix T1	0,17 <sup>a</sup> ± 0,04	4,4 <sup>a</sup> ± 0,4	0,90
50 °Brix T2	0,15 <sup>a</sup> ± 0,02	4,1 <sup>a</sup> ± 0,6	0,77
55 °Brix T1	0,15 <sup>a</sup> ± 0,04	4,2 <sup>a</sup> ± 1,5	- 0,35
55 °Brix T2	0,19 <sup>a</sup> ± 0,08	4,8 <sup>a</sup> ± 1,7	0,93
60 °Brix T1	0,19 <sup>a</sup> ± 0,03	4,3 <sup>a</sup> ± 0,4	-0,21
60 °Brix T2	0,18 <sup>a</sup> ± 0,04	4,1 <sup>a</sup> ± 0,6	0,23

As médias seguidas da mesma letra, não diferem entre si pelo Teste de Tukey, ao nível de 5% de probabilidade.

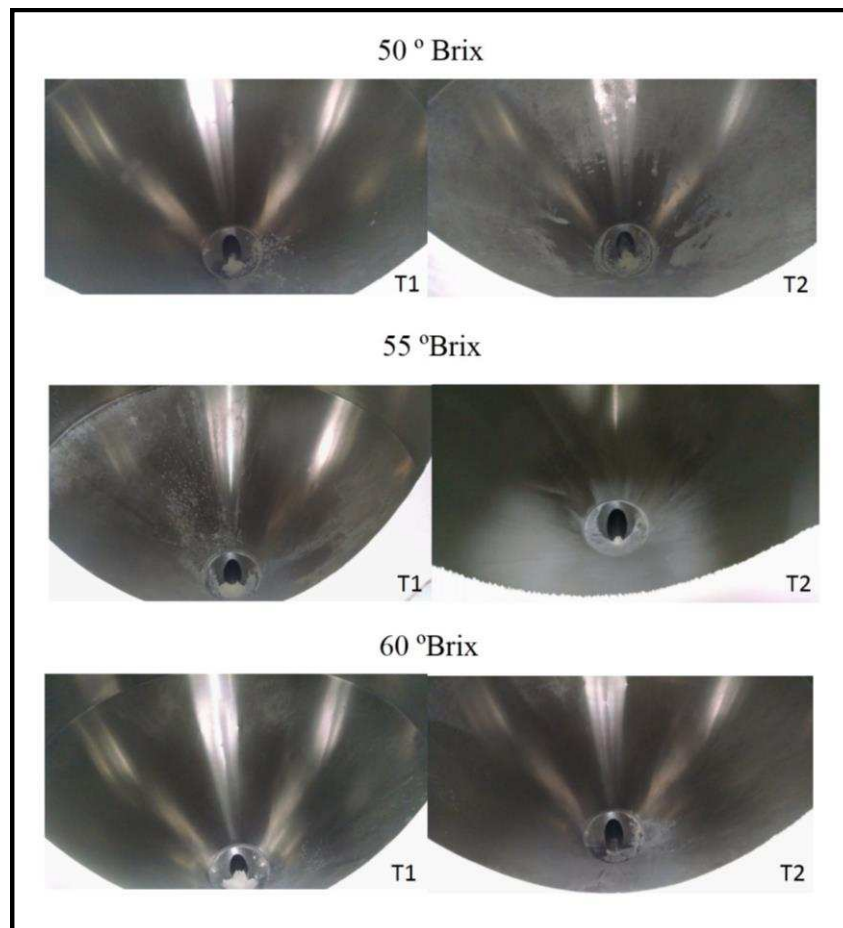
\* Calculado por diferença.

T: tanque.

As atividades de água determinadas apresentaram valores inferiores ao recomendado para produtos lácteos desidratados, próxima a 0,20, sendo esse valor o mais adequado para o controle das reações químicas de degradação nestes produtos segundo Schuck et al. (2008). O valor abaixo de 0,20 para o soro em pó desnatado é um valor aceitável, uma vez que o constituinte que mais contribui para reações de químicas de oxidação são os lipídeos.

Assim como já era esperado o teor de água e atividade de água não apresentaram uma boa correlação entre eles, desta forma, enfatizando a importância da análise de atividade de água pelas indústrias produtoras para um melhor conservação do produto em pó.

Na Figura 17 é possível visualizar fotos internas do *spray dryer* após secagem do soro concentrado em cada um dos tratamentos.



**Figura 17** – Foto interna da câmara de secagem após processamento do soro em pó.

Sendo: T1: tanque de cristalização 1 e T2: Tanque de Cristalização 2.

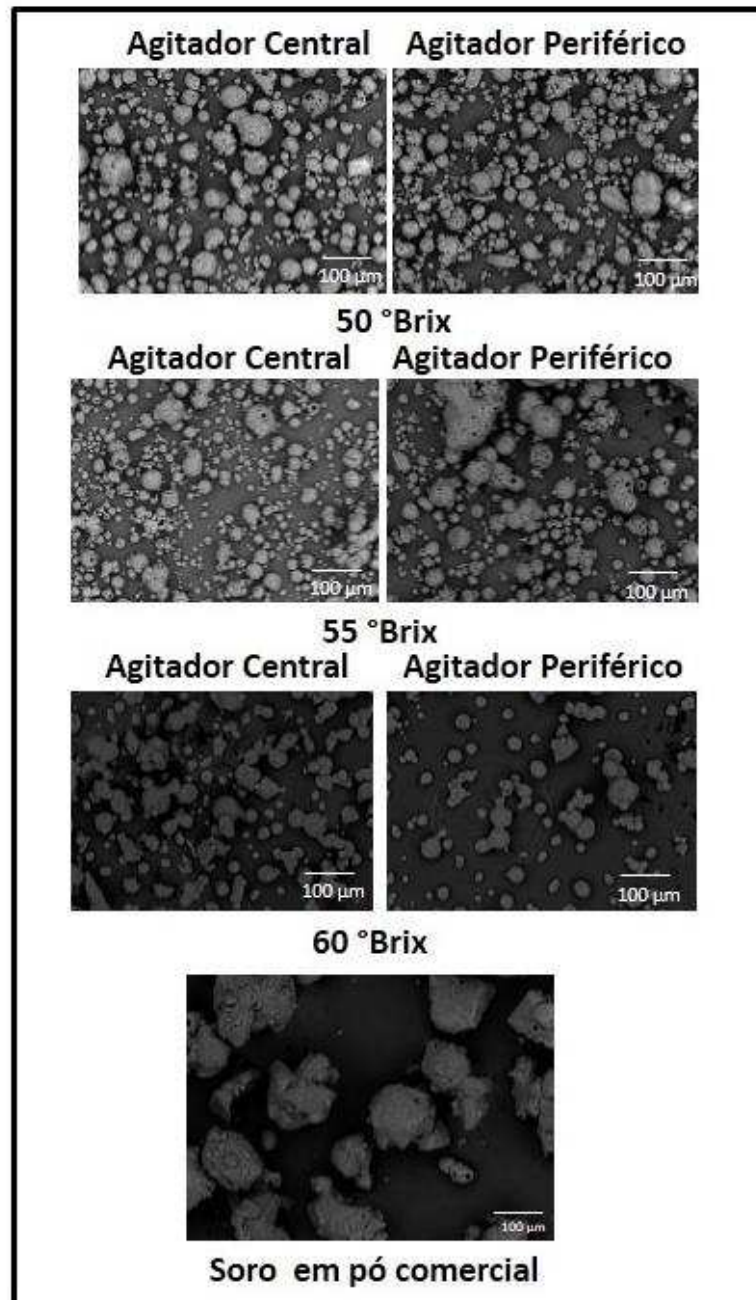
Como pode-se observar pela Figura 17 o soro quando cristalizado no Tanque 2 (com agitador central) após secagem em *spray dryer* em condições controladas apresentou uma maior deposição de pó na superfície do equipamento, exceto para o tratamento de 60 °Brix onde a diferença foi minimizada devido uma cristalização mais homogênea entre os tanques.

O fenômeno de adesão ou aderência ocorre com frequência em alimentos ricos em açúcares de baixa massa molar, que no estado vítreo são geralmente muito higroscópicos e apresentam temperaturas de transição vítrea ( $T_g$ ) baixa (BRENNAN, 1994), sendo assim, os tratamentos que utilizaram o Tanque 2 e apresentaram uma maior diferença entre a % de cristalização obtida foram os que mais aderiram nas paredes dos equipamentos, possivelmente por apresentaram uma menor ( $T_g$ ). Segundo Chen & Patel (2008); Verdurmen et al. (2006) quanto menor for a  $T_g$ , mais este estará sujeito a sofrer os fenômenos de *stickiness*, que está diretamente associado à

tendência de alguns materiais à aglomeração e, ou adesão quando em contato com uma superfície durante e após a secagem.

### 5.5. MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Ao submeter as amostras de soro em pó obtidas em cada um dos tratamentos sem preparação prévia a microscopia eletrônica de varredura, com aumento de 300x, foi possível verificar a distribuição dos tamanhos das partículas (Figura 18).

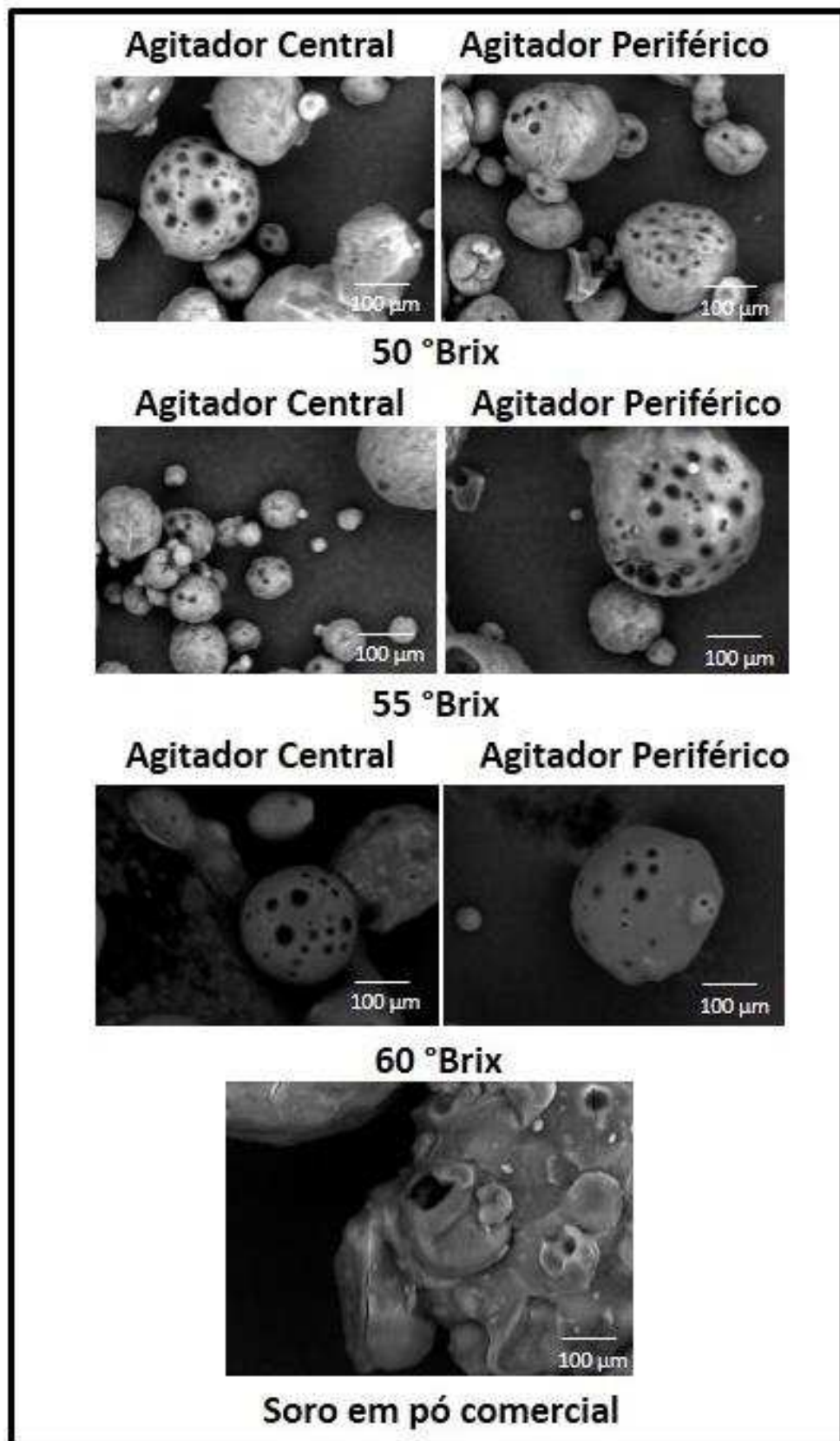


**Figura 18** – Microscopia eletrônica de varredura dos soros em pó produzidos em cada tratamento e de uma amostra de soro em pó comercial (aumento de 300x).

De acordo com a Figura 18 foi possível distinguir uma maior uniformidade do tamanho das partículas nas concentrações de 50 °Brix e 60 °Brix em ambos tanques de cristalização variando entre 15 a 40 µm em 50 °Brix e de 15 a 60 µm para 60 °Brix. Já o pó originado do tratamento de 55 °Brix apresentou uma maior variação quanto ao tamanho de suas partículas, sendo, no Tanque 1 (agitador central) entre 8 a 90 µm, com tamanho médio de 40 µm e no Tanque 2 (agitador periférico) entre 9 a 150 µm. Provavelmente as diferenças entre o tamanho máximo e mínimo das partículas dos pós observados no tratamento com 55 °Brix se devem a viscosidade intermediária do soro concentrado e da menor uniformidade da taxa de cristalização em diferentes pontos do tanque de cristalização (central e parede).

Como pode-se observar o soro em pó comercial apresentou uma média dos tamanhos de suas partículas maior que em grande parte dos tratamentos estudados, uma vez que ao ser produzido industrialmente utiliza-se equipamentos específicos que possuem mais de um estágio de secagem, sendo um deles um aglomerador de partículas, obtendo assim um pó com morfologia aglomerada o que facilita uma melhor reidratação posterior deste. Já os pós obtidos no experimento foram originados de um equipamento com somente um estágio de secagem, sendo produzido desta forma pós com característica morfológica não aglomerada (pó particulado).

Na Figura 19 segue imagens da microscopia eletrônica das amostras de soro em pó obtidas pelo experimento, com aumento de 2000x.



**Figura 19** – Microscopia eletrônica de varredura de cada tratamento avaliado e de um Soro em pó comercial (aumento 2000x).

Ao observar a morfologia dos pós (Figura 19) é possível identificar a presença de poros na superfície das partículas, o que ocorreu em todas as amostras analisadas neste experimento.

Durante a secagem por atomização no equipamento piloto empregado neste experimento a evaporação da água ocorre em um único estágio, com um tempo de residência curto quando comparado com equipamentos industriais que possuem múltiplos estágios, portando, são necessárias maiores temperaturas do ar de saída para que a evaporação ocorra até o teor final de umidade desejado no pó. Este comportamento pode ser observado na Tabela 16. Em equipamento de um estágio a evaporação ocorre inicialmente na superfície da partícula (água livre) e em seguida evaporando parte da água ligada presente no interior da partícula, esse processo se dá pela entrada de ar (energia para evaporação) no interior da partícula fazendo com que o vapor de água saia juntamente com o ar de seu interior formando possivelmente tais canais de ar, que são os poros observados pela Figura 19.

**Tabela 16 – Características dos diferentes processos de secagem.**

<b>Característica</b>	<b>Secagem em único estágio</b>	<b>Secagem em múltiplos (dois e três) estágios</b>
Câmara de Secagem	Responsável por toda evaporação da água	Responsável pela evaporação parcial da água
Fluidizador	Caso presente realiza resfriamento	Realiza evaporação e resfriamento
Temperatura do ar de entrada	170 °C a 200 °C	200 °C a 230 °C
Temperatura do ar de saída	85 °C a 90 °C	60 °C a 75 °C
Eficiência térmica	1595 kcal·kg <sup>-1</sup> de H <sub>2</sub> O evaporada	960 a 1350 kcal·kg <sup>-1</sup> de H <sub>2</sub> O evaporada
Vazão de produto concentrado na câmara	Menor	Maior
Tempo de residência das partículas nos secadores	20 s a 60 s	Alguns minutos
Busca pelo equilíbrio entre ar de saída e o pó	Não há tempo de residência suficiente	O maior tempo de residência possibilita este estado
Aglomerado do pó Tipo de pó produzido	Espontânea Particulado	Espontânea e intencional Particulado e aglomerado

Fonte: Adaptado de PÍSECKÝ (1997) e SCHUCK (2009).

A presença destes poros foi diferente entre os tratamentos analisados, sendo maior quando utilizado soro com menor teor de sólidos solúveis na secagem. Essa diferença pode ser devido a alguns fatores como: “viscosidade”

mais baixa do soro concentrado, maior quantidade de água a ser evaporada no produto com 50 °Brix em comparação com os demais; e maior teor de lactose amorfa (mais água ligada). O maior teor de água na partícula implicará em maior número de canais para a saída desta água, ao mesmo tempo, uma menor viscosidade possibilitará uma maior entrada de ar durante a etapa de atomização e conseqüentemente maior volume de ar a ser retirado na secagem e maior o número de canais.

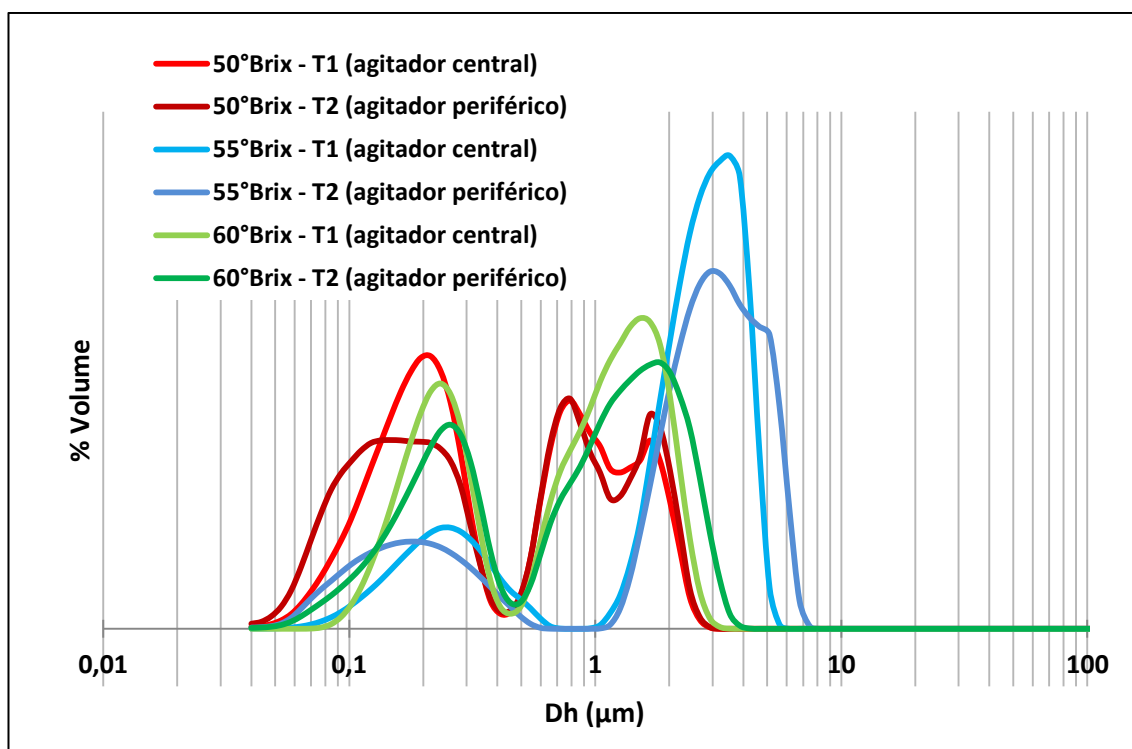
A maior concentração de lactose amorfa, nos tratamentos com menores taxas de cristalização no soro concentrado anteriormente a secagem, implica em maior presença de água ligada e conseqüentemente maior será a permanência desta partícula na fase decrescente da secagem, na qual ocorre a transferência de energia do ar para a partícula e aumento da temperatura da mesma, propiciando que a água ligada no interior da partícula passe para o estado de vapor e conseqüentemente saia formando maior número de canais.

A maior presença de poros e a maior concentração de lactose amorfa (obtida nos tratamento com menores taxas de cristalização da lactose e com menor “viscosidade”) facilitam a etapa seguinte de reidratação dos pós, em contrapartida dificultam a conservação do mesmo durante a estocagem. Teores mais elevados de sólidos solúveis (60 °Brix) favorecem o rendimento econômico do processo de produção de soro em pó, uma vez que menor magnitude de energia será demandada no *spray dryer*.

Desta forma, neste experimento observa-se que mudanças nas condições de cristalização do soro concentrado (diferentes tanques de cristalização) e no teor de sólidos solúveis implicam na obtenção de pós com diferentes propriedades de reidratação, de adesão e com teores distintos de lactose cristalizada, impactando na conservação durante o prazo de validade.

## 5.6. ANÁLISE DO TAMANHO DAS PARTÍCULAS POR DIFRAÇÃO LASER

A evolução da distribuição do tamanhos das partículas durante o acompanhamento da reidratação dos soros em pó em água foi monitorada mediante recirculação durante 10 minutos no equipamento de difração a laser. Independentemente dos tratamentos, houve pouca variação na distribuição das partículas entre 1 e 10 minutos de reidratação por recirculação no equipamento. A Figura 20 apresenta as curvas de reidratação obtidas após 5 minutos de recirculação e mostram a distribuição do tamanho das partículas (diâmetro hidrodinâmico, Dh – escala logarítmica) pela porcentagem do volume ocupado por elas.



**Figura 20** – Comparação da distribuição dos tamanhos das partículas das amostras durante a reidratação por recirculação no equipamento de difração a laser. As curvas apresentadas foram obtidas após 5 minutos de recirculação e mostram a distribuição do tamanho das partículas (diâmetro hidrodinâmico, Dh – escala logarítmica) pela porcentagem do volume ocupado por elas.

Na concentração de 50 °Brix foram observados 3 populações, uma de menor tamanho (0,05 – 0,4 μm) e as outras duas de maior tamanho (0,5 – 2,5 μm) e partículas com tamanho máximo de aproximadamente 2,5 μm. Nesta concentração a reidratação ocorreu de forma mais rápida que os demais

tratamentos, devido a menor porcentagem de cristalização obtida comparado as outras concentrações e conseqüentemente uma maior quantidade de lactose amorfa presente, o que facilita o processo de reidratação. O Tanque 1 se diferenciou do 2 alcançando uma maior população, devido a diferença significativa entre a taxa de cristalização obtida em cada um dos tanques.

Na concentração de 55 °Brix houve a presença de 2 populações, sendo a menor entre 0,05 a 0,6  $\mu\text{m}$  e a maior população com partículas de 1 a 8  $\mu\text{m}$ . A segunda população observada foi dominante representando um maior volume. Neste tratamento foi o que ocorreu uma cristalização mais efetiva, apresentando uma maior quantidade de cristais de lactose no soro concentrado, demandando um maior tempo para solubilizar os cristais presente, dificultando o processo de reidratação. O Tanque 1 se diferenciou do 2 alcançando uma maior população, devido a diferença entre a taxa de cristalização obtida em cada um dos tanques.

No tratamento de 60 °Brix também apresentou 2 populações (0,1 – 0,5  $\mu\text{m}$  e 0,5 – 4  $\mu\text{m}$ ) praticamente equivalentes em volume e com partículas de tamanho máximo com aproximadamente 2,5  $\mu\text{m}$ . Este tratamento foi o que apresentou resultados mais próximo entre o T1 e T2, devido principalmente a menor diferença entre a taxa obtida na etapa de cristalização nestes dois tanques.

## 6. CONCLUSÕES

Com este trabalho é possível concluir que o efeito cinético propiciado pelo tipo de agitação em diferentes tanques de cristalização (T1 – agitador central e T2 – agitador lateral), foram significativos na taxa cristalização do lactose em soro de leite concentrado obtida, mantendo as demais condições de cristalização constantes (taxa de resfriamento, temperatura, tempo e concentração), sendo o tanque com agitador central o que gerou uma maior quantidade de lactose na forma cristalina em todas concentrações avaliadas (50, 55 e 60 °Brix).

O aumento da concentração do soro contribuiu para o aumento do efeito termodinâmico dos estados de equilíbrio (força motriz –  $g \text{ lactose} \cdot 100g^{-1}$  de água), prevalecendo frente ao efeito cinético e a “viscosidade”, mantendo as demais condições de processo constantes. Para obtenção de uma maior taxa de cristalização da lactose, se faz necessário maximizar o efeito cinético por meio de uma maior velocidade de agitação, juntamente com maior efeito termodinâmico do estado de equilíbrio, abrindo uma nova sequência de pesquisa em busca de entender os fatores a serem modificados ou controlados na etapa de cristalização da lactose, para potencializar a cinética do processo.

As condições para cristalização empregadas neste experimento possibilitaram uma cristalização média da lactose no soro inferior ao valor recomendado de 70%, desta forma, fica evidente a necessidade da utilização de três outras ações que possibilitem atingir o valor desejado de cristalização (maior tempo de permanência no cristalizador, maior presença de núcleos de cristalização e/ou maior velocidade de agitação).

Em relação aos produtos obtidos, neste experimento observa-se que mudanças nas condições de cristalização do soro concentrado (em diferentes tanques) e no teor de sólidos solúveis implicam na obtenção de pós com diferentes propriedades de reidratação, de adesão e com teores distintos de lactose cristalizada, impactando na conservação durante o prazo de validade.

Os resultados do presente trabalho são importantes direcionamentos tecnológicos para a crescente indústria de secagem de soro e podem contribuir para o melhoramento, maior padronização e eficiência da etapa de cristalização da lactose.

## 7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABIQ. **Associação Brasileira das Indústrias de Queijo**. 2014. Disponível em: <<http://www.abiq.com.br>>. Acesso em: 21 mai. 2015.

AHMED, J.; RAMASWAMY, H. S.; KHAN, A. R. Effect of water activity on glass transitions of date pastes. **Journal of Food Engineering**, jan. 2005. v. 66, n. 2, p. 253–258.

ARAÚJO, J. M. A. **Química de Alimentos: Teoria e Prática**. 5a ed. Viçosa: Editora UFV, 2011.

BALDASSO, C. **Concentração, purificação e fracionamento das proteínas do soro lácteo através da tecnologia de separação por membranas**. 2008. 163p. Dissertação (Mestrado em Engenharia) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Escola de Engenharia, Porto Alegre, RS, 2008.

BASSETTI, F. J. **Preparo, caracterização e aplicação de membranas poliméricas microporosas assimétricas**. 2002. 180p. Tese (Doutorado em Engenharia Química) - Universidade Estadual de Campinas, Campinas, SP, 2002.

BERLIN, E.; ANDERSON, B. A.; PALLANSCH, M. J. Effect of Temperature on Water Vapor Sorption by Dries Milk Powders. **Journal of Dairy Science**, 1 fev. 1970. v. 53, n. 2, p. 146–149.

BRENNAN, J. G. **Food Dehydration: A Dictionary and Guide**. [S.l.]: Taylor & Francis, 1994.

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

Bushill J.H., Wright W.B., Fuller C.H.F., Bell A.V., The crystallisation of lactose with particular reference to its occurrence in milk powder, **J. Sci. Food Agric.** 16 (1965) 622– 628.

BYLUND, G. **Dairy processing handbook**. Tetra Pak Processing Systems, 1995. 426p.

CARVALHO, A. F.; MAUBOIS, J. L. Applications of membrane technologies in the dairy industry. In: COIMBRA, J. S. R.; TEIXEIRA, J. A. (Eds.) **Engineering aspects of milk and dairy products**. Boca Raton: CRC Press, 2010. 256p.

Codex Alimentarius – 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: 18 mai. 2015

CHEN, X. D.; PATEL, K. C. Manufacturing Better Quality Food Powders from Spray Drying and Subsequent Treatments. **Drying Technology**, 20 out. 2008. v. 26, n. 11, p. 1313–1318.

FELLOWNS, P. J. **Tecnologia do processamento de alimentos – Princípios e práticas**. 2ed. Artmed, 602p, 2006.

FENNEMA, O. R; DAMODARAN, S.; PARKIN, K. L. **Química de Alimentos de Fennema**. Porto Alegre: Artmed, 2010. 900p.

FOSTER, K. D. **The prediction of sticking in dairy powders**: a thesis presented in partial fulfilment of the requirements for the degree of Doctor of Philosophy in Bioprocess Engineering at Massey University. 2002. Disponível em: <<http://mro.massey.ac.nz/handle/10179/1782>>. Acesso em: 02 nov. 2015.

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

GERNIGON, G.; SCHUCK, P.; JEANTET, R. **Processing of Mozzarella chesse wheys and stretchwaters: A preliminary review**. Dairy Science and Technology. Rennes, v.90, p.35-46, 2010.

GOULAS, A.; GRANDISON, A. S. Applications of membrane separation. In: BRITZ, T. J.; ROBINSON, R. K. **Advanced dairy science and technology**. 1. ed. Blackwell Publishing, 2008. 300p.

HOLSINGER, V. H. Physical and Chemical Properties of Lactose. In: FOX, P. F. (Org.). **Advanced Dairy Chemistry**. Volume 3. [S.I.]: Springer US, 1997, p. 1–38. DOI: 10.1007/978-1-4757-4409-5\_1.

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

IBGE - Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística. **Indicadores IBGE: Estatística da Produção Pecuária**. 2014. Disponível em: <[http://www.ibge.gov.br/home/estatistica/indicadores/agropecuaria/producaoagropecuaria/abate-leite-couro-ovos\\_201404\\_publ\\_completa.pdf](http://www.ibge.gov.br/home/estatistica/indicadores/agropecuaria/producaoagropecuaria/abate-leite-couro-ovos_201404_publ_completa.pdf)>. Acesso em: 28 mai. 2015.

INTERNATIONAL DAIRY FEDERATION. Determination of milk proteins. Brussels, 20B: 1993

JOHNSON, M. E.; LUCEY, J. A. Major Technological Advances and Trends in Cheese. **Journal of Dairy Science**. Ohio, v. 89, p. 1174-1178. 2006.

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

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

KOËSEOGLU, S. S.; LAWHON, J. T.; LUSAS, E. W. Vegetable juices produced with membrane technology. **Food Technology**, v. 45, p. 124-127, 1991.

LIRA, H. L.; SILVA, M. C. D.; VASCONCELOS, M. R. S.; LIRA, H. L.; LOPEZ, A. M. Q. Microfiltração do soro de leite de búfala utilizando membranas cerâmicas como alternativa ao processo de pasteurização. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, v. 29, p. 33-37, 2009.

MACHADO, R. M. G.; SILVA, P. C.; FREIRE, V. H. Controle ambiental em indústrias de laticínios. **Brasil Alimentos**, n. 7, p. 34-36, 2001.

MARTINEZ, E.; HOUGH, G.; CONTARINI. Sandiness prevention in dulce de leche by seeding with lactose. **Journal of Dairy Science**, Champaign, v. 73. n. 3. p. 612-616, Mar. 1990.

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

MAUBOIS, J. L. New applications of membrane technology in the dairy industry. **Australian Journal of Dairy Technology**, v. 46, n. 2, p. 91-95, 1991.

MAUBOIS, J. L.; FAUQUANT, J.; FAMELART, M. H.; CAUSSIN, F. Milk microfiltrate, a convenient starting material for fractionation of whey proteins and derivatives - The importance of whey and whey components in food and nutrition. In: **3rd International Whey conference**, Munich, Germany, p. 59-72, 2001.

MIMOUNI, A.; SCHUCK, P.; BOUHALLAB, S. Kinetics of lactose crystallization and crystal size as monitored by refractometry and laser light scattering: effect of proteins. **Le Lait**, 2005, 85 (4-5), pp.253-260.

NICKERSON, T. A. Lactose. In: WEBB, B. H.; JOHNSON, A. H.; ALFORD, J. A. **Fundamentals of Dairy Chemistry**. Westport: AVI Publishing, v.1. p. 273-324, 1974.

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. **Soro de leite: concentração, cristalização da Lactose e secagem**. 2010. 86p. Tese (Doutorado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) – Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, MG, 2010.

PERRONE, I, T.; PEREIRA, J. P. F.; CARVALHO, A. F. Aspectos tecnológicos da fabricação de soro em pó: uma revisão. **Rev. Inst. Latic. “Cândido Tostes”**, Mai/Jun, nº 380, 66: 23-30, 2011.

PÍSECKÝ, I. J. **Handbook of milk powder manufacture**. Copenhagen: NIRO A/S, p. 261, 1997.

PITHAN E SILVA, R. O.; ZACARCHENCO, P. B.; AMARAL, A. M. P.; BUENO, C. R. F. **Aspectos das importações de Soro de Leite no Brasil**. Análises e Indicadores do Agronegócio. V.8, n.7, julho 2013.

RENHE, I. R. T., PERRONE, I. T., SILVA, P. H. F. **Leite condensado: identidade, qualidade e tecnologia**. 1 ed. Juiz de Fora: Templo, 2011. 231p.

ROBINSON, R. K. **Dairy microbiology: the microbiology of milk**. London: Applied Science Publishers, 1981. 258 p.

ROOS, Y.H. **Importance of glass transition and water activity to spray drying and stability of dairy powders.** First international symposium on spray drying of milk products, Rennes, France, 2001.

ROOS, Y. H.; JOUPPILA, K.; KANSIKAS, J. Glass Transition, Water Plasticization, and Lactose Crystallization in Skim Milk Powder. **Journal of Dairy Science**, dez. 1997. v. 80, n. 12, p. 3152–3160.

ROOS, Y.; KAREL, M. Plasticizing Effect of Water on Thermal Behavior and Crystallization of Amorphous Food Models. **Journal of Food Science**, 1 jan. 1991. v. 56, n. 1, p. 38–43.

ROSENBERG, M. Current and future applications for membrane processes in the dairy industry. **Trends in Food Science and Technology**, v. 6, n. 1, p. 12-19, 1995.

SHUCK, P. **Spray drying of milk products: state of art.** First international symposium on spray drying of milk products, Rennes, France, 2001.

SCHUCK, P. Understanding the factors affecting spray-dried dairy powder properties and behaviour. In: CORREDIG, M. **Dairy-derived ingredients – Food and nutraceutical uses.** Woodhead Publishing, 2009. p. 24-50.

SCHUCK, P.; BOUHALLAB, S.; DURUPT, D.; VAREILLE, P; HUMBERT, J.P.; MARIN, M. Séchage des lactosérums et derives: role du lactose et de la dynamique de l'eau. **Le Lait**, Rennes, v.84, 243-268, 2004.

SCHUCK,P.; DOLIVET,A.; JEANTET,R. **Analytical methods for food and dairy powders.** Chichester:Wiley-Blackwell, 2012, p. 1-41.

SHUCK, P.; DOLIVET,A.; MÉJEAN, S.; JEANTET, R. 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, p. 45-52, 2008.

SCHUCK, P.; JEANTET, R.; CARVALHO, A.F. **Cristalização da lactose e secagem de soro.** Curso ministrado na Disciplina TAL 795 Ciência e tecnologia de leite e derivados Universidade Federal de Viçosa, 2010.

SILVEIRA, A. C. P.; PERRONE, I. T.; RODRIGUES JÚNIOR, P. H.; CARVALHO, A. F. Secagem por spray: uma revisão. **Rev. Inst. Laticínios Cândido Tostes**, Juiz de Fora, v. 68, n. 391, p. 51-58, mar./abr., 2013.

VILELA, S.C. Cifra de transição em queijos. **Informativo Hala Biotec CHR Hansen**. N.108, agosto/setembro, 2009. Disponível em: < <http://www.chr-hansen.com.br/noticias/informativo-ha-la-biotec.html>>. Acesso em: 17 mai. 2015.

VERDURMEN, R. E. M. et al. Agglomeration in Spray Drying Installations (The EDECAD Project): Stickiness Measurements and Simulation Results. **Drying Technology**, 1 jul. 2006. v. 24, n. 6, p. 721–726.

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.

WALSTRA, P.; JENNESS, R. **Química y física lactológica**. Zaragoza: Editorial Acribia, 1984. 423 p.

WESTERGAARD, V. **Tecnología de La Leche en Polvo – Evaporación y Secado por Atomización**. Copenhague: Niro A/S, 2001. 166 p.

WESTERGAARD, V. **Milk powder technology**. In: Evaporation and spray drying. Niro A/S, Copenhaguen, Denmark, 2004.

WHITTIER, E.O. Lactose and its utilization: a review. **Jornal of Dairy Science**. Ohio, v.27, n.7, p.505-529, Julho. 1994.

ZINSLY, P. F.; SGARBIERI, V. C.; PEREIRA DIAS, N. F. G.; JACOBUCCI, H. B.; PACHECO, M. T. B.; BALDINI, V. L. S. Produção piloto de concentrados de proteínas de leite bovino: composição e valor nutritivo. **Brazil Journal Food Technology**, v. 4, p. 1-8, 2001.