

UNIVERSIDADE TECNOLÓGICA FEDERAL DO PARANÁ  
DEPARTAMENTO TECNOLOGIA DE ALIMENTOS  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM TECNOLOGIA DE ALIMENTOS

MARIANA RIANI MASSARI

**SUBSTITUIÇÃO DE LACTOSE EM PÓ MICRONIZADA POR PERME-  
ADO DE SORO EM PÓ MICRONIZADO EM LEITE CONDENSADO:  
EFEITO SOBRE A CRISTALIZAÇÃO DA LACTOSE, CARACTERÍSTI-  
CAS FÍSICO-QUÍMICAS, REOLÓGICAS E MICROBIOLÓGICAS**

**DISSERTAÇÃO**

**MEDIANEIRA**

**2018**

MARIANA RIANI MASSARI

**SUBSTITUIÇÃO DE LACTOSE EM PÓ MICRONIZADA POR PERME-  
ADO DE SORO EM PÓ MICRONIZADO EM LEITE CONDENSADO:  
EFEITO SOBRE A CRISTALIZAÇÃO DA LACTOSE, CARACTERÍSTI-  
CAS FÍSICO-QUÍMICAS, REOLÓGICAS E MICROBIOLÓGICAS**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós Graduação em Tecnologia de Alimentos da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Tecnologia de Alimentos.

Orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Deisy A. Drunkler

**MEDIANEIRA**

**2018**

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação

M414s

Massari, Mariana Riani

Substituição de lactose em pó micronizada por permeado de soro em pó micronizado em leite condensado: efeito sobre a cristalização da lactose, características físico-químicas, reológicas e microbiológicas / Mariana Riani Massari - 2018.

82 f il. ; 30 cm

Orientadora: [Deisy Alessandra Drunkler](#)

Dissertação (Mestrado) – Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Alimentos. Medianeira, 2018.

Inclui bibliografias.

1. Testes microbiológicos. 2. Sacarose. 3. Reologia. 4. Alimentos – Dissertações. I. Drunkler, Deisy Alessandra, orient. II. Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Alimentos. III. Título.

CDD: 664

Biblioteca Câmpus Medianeira  
Marci Lucia Nicodem Fischborn CRB 9/1219



## TERMO DE APROVAÇÃO

### **SUBSTITUIÇÃO DE LACTOSE EM PÓ MICRONIZADA POR PERMEADO DE SORO EM PÓ MICRONIZADO EM LEITE CONDENSADO: EFEITO SOBRE A CRISTALIZAÇÃO DA LACTOSE, CARACTERÍSTICAS FÍSICO-QUÍMICAS, REOLÓGICAS E MICROBIOLÓGICAS**

Por

**Mariana Riani Massari**

Essa dissertação foi apresentada às nove horas, do dia vinte e nove de junho de dois mil e dezoito, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Tecnologia de Alimentos, Linha de Pesquisa Ciência e Tecnologia de Produtos Alimentícios, no Programa de Pós-Graduação em Tecnologia de Alimentos - PPGTA, da Universidade Tecnológica Federal do Paraná. A candidata foi arguida pela Banca Examinadora composta pelos professores abaixo. Após deliberação, a Banca Examinadora considerou o trabalho aprovado.

---

Profa. Dra. Deisy Alessandra Drunkler (Orientadora – PPGTA)

---

Profa. Dra. Eliane Colla (Membro Interno – PPGTA)

---

Prof. Dr. William Arthur Philip L Naidoo Terroso De Mendonca Brandao (Membro Externo – UTFPR)

---

Profa. Dra. Luciana Oliveira de Fariña (Membro Externo – Unioeste) com participação à distância, sendo a assinatura na presente ata dispensada conforme Regulamento da Pós-Graduação *Stricto Sensu* da UTFPR.

- O Termo de Aprovação assinado encontra-se na Coordenação do Curso -

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço à Deus

À minha família, ao meu namorado e a todos meus amigos que me incentivaram a seguir em frente;

À empresa Sooro pela cooperação e fornecimento do permeado de soro em pó micronizado para realização dos trabalhos

À empresa Frimesa Cooperativa Central por me permitir que realizasse o trabalho;

À minha professora orientadora Deisy que me auxiliou em todas as etapas para a execução desse trabalho.

## RESUMO

MASSARI, Mariana R. **Substituição de lactose em pó micronizada por permeado de soro em pó micronizado em leite condensado: efeito sobre a cristalização da lactose, características físico-químicas, reológicas e microbiológicas.** 2018. 82f. Dissertação (Mestrado em Tecnologia de Alimentos) - Universidade Tecnológica Federal do Paraná. Medianeira, 2018.

O leite condensado é um produto muito difundido e consumido no Brasil e no mundo. Para sua fabricação os ingredientes adicionados são leite, açúcar e lactose micronizada, cuja função deste último é promover cristalização orientada, atuando como núcleo, induzindo a formação de vários cristais pequenos e imperceptíveis ao paladar. O processo de ultrafiltração do soro de leite tem por objetivo concentrar a fração proteica do mesmo, resultando na geração de um permeado de soro rico em lactose e ainda subutilizado pela indústria. O objetivo do estudo foi substituir a lactose micronizada por permeado de soro em pó micronizado a fim de verificar a eficiência do mesmo na cristalização da lactose em leite condensado. Foram feitas análises de composição centesimal, propriedades físico químicas, microbiológicas, reológicas, cor e verificado o tamanho dos cristais de lactose de diferentes marcas de leites condensados adquiridos no comércio local. Foram elaboradas quatro tratamentos: 01 ou controle (0,03% de lactose anidra comercial), 02 (0,03% de permeado de soro em pó micronizado), 03 (0,033% de permeado de soro em pó micronizado) e 04 (sem adição de um agente para promover a microcristalização), em triplicata. As formulações foram submetidas à determinação da composição centesimal, propriedades físico-químicas, análises reológicas e de cor; caracterização do diâmetro médio dos cristais de lactose, análise microbiológicas, avaliação da aceitabilidade sensorial. Durante a vida útil (7, 15, 30, 60, 90 e 120 dias) foram avaliados o diâmetro dos cristais de lactose no microscópio óptico, análise sensorial, reologia e cor. O formato dos cristais de lactose foram analisados no tempo 120 dias no microscópio eletrônico de varredura. Os resultados obtidos mostraram que os leites condensados açucarados presentes no comércio local possuem variação significativa ( $p < 0,05$ ) em relação à composição centesimal em especial aos parâmetros gordura, pH, acidez, proteínas, carboidratos. Os diâmetros dos cristais de lactose e o comportamento reológico também apresentaram muita variação. A substituição da lactose micronizada por permeado de soro em pó micronizado não alterou as propriedades químicas e físico químicas, microbiológicas, reológicas em relação ao controle. Na avaliação sensorial o tratamento 02 apresentou as melhores notas. O tratamento controle obteve o menor tamanho de cristais no produto final que se mantiveram ao longo dos 120 dias de estudo, apresentando características uniformes. Os tratamentos com adição do permeado de soro apresentaram-se com tamanho de cristais similares ao controle. Já o tratamento sem indução da cristalização apresentou cristais de tamanhos bem superiores. O comportamento reológico do controle e dos tratamentos com permeado de soro apresentaram valores muito similares, enquanto o tratamento sem adição de lactose/permeado apresentou maior viscosidade. A substituição da lactose micronizada em pó por permeado de soro em pó é uma boa alternativa para induzir a cristalização, sem afetar características físico químicas, microbiológicas, sensoriais e reológicas.

**Palavras-chave:** Reologia. Leite concentrado. Cristais de lactose.

## ABSTRACT

MASSARI, Mariana R. **Substitution of micronized lactose powder by micronized whey permeate in condensed milk: effect on the crystallization of lactose, physical-chemical, rheological and microbiological characteristics.** 2018. 82p. Dissertation (Master in Food Technology) - Federal Technological University of Paraná. Medianeira, 2018.

Condensed milk is a very widespread product consumed in Brazil and the world. For their manufacturing the ingredients are a milk, sucrose and micronized lactose, their function is the latest promising crystallization orientated, acting like core, inducing the formation of several crystals small and imperceptible to the palate. The process of ultrafiltration of whey has by protein fraction of the same, resulting in the production of milk rich in lactose and still underutilized by the industry. The test was carried out with the substitution of micronized lactose by serum permeate in micronized, in order to verify its efficiency in the crystallization of lactose in condensed milk. Analyzes of centesimal composition, chemical chemical, microbiological and rheological enzymes were done, such as the size of the lactose crystals of different brands of condensed milk purchased in the local market. Four units were prepared: 01 or control (0.03% commercial anhydrous lactose), 02 (0.03% of micronized whey powder permeate), 03 (0.033% of micronized whey powder permeate) and 04 add of an agent to promote a microcrystallization in triplicate. The formulations were submitted to determination of the centesimal composition, physical-chemical properties, rheological and color analysis; characterization of the average diameter of lactose crystals, microbiological analysis, evaluation of sensorial acceptability. The diameter of lactose crystals under optical microscope, sensorial analysis, rheology and color were evaluated during the useful life (7, 15, 30, 60, 90 and 120 days). The format of the lactose crystals were analyzed at 120 scan time in the scanning electron microscope. The results obtained showed that the sugars condensed milk present in the local trade have significant variation ( $p < 0.05$ ) in relation to the centesimal composition, especially the parameters fat, pH, acidity, proteins and carbohydrates. The diameters of the lactose crystals and the rheological behavior also presented a lot of variation. The substitution of micronized lactose by permeate of micronized whey powder did not alter the chemical and physical chemical, microbiological and rheological properties in relation to the control. In the sensorial evaluation the treatment 02 presented the best grades. The control treatment obtained the smallest size of crystals in the final product that were maintained during the 120 days of study, presenting uniform characteristics. The treatments with addition of the serum permeate presented with crystal size similar to the control. On the other hand, the crystallization-free treatment showed crystals of much larger sizes. The rheological behavior of the control and treatments with serum permeate showed very similar values, while the treatment without addition of lactose / permeate presented higher viscosity. The substitution of powdered micronized lactose by powdered whey permeate is a good alternative to induce crystallization without affecting physical, chemical, microbiological, sensory and rheological characteristics.

**Keywords:** Rheology. Concentrated milk. Lactose crystals.

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	10
<b>2 OBJETIVOS</b> .....	13
2.1 OBJETIVO GERAL.....	13
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	13
<b>3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	14
3.1 LEITE CONDENSADO AÇUCARADO.....	14
3.2. ASPECTOS TECNOLÓGICOS DAS PRINCIPAIS ETAPAS DE FABRICAÇÃO DO LEITE CONDENSADO AÇUCARADO.....	15
3.2.1. Recepção da matéria prima.....	15
3.2.2 Padronização do leite.....	15
3.2.3 Pasteurização do leite.....	16
3.2.4 Adição da sacarose.....	16
3.2.5 Concentração do leite.....	16
3.2.6. Microcristalização da lactose.....	18
3.3 SORO DE LEITE.....	20
3.4 ULTRAFILTRAÇÃO DO SORO DE LEITE.....	21
3.5 MICRONIZAÇÃO DO PERMEADO DE SORO EM PÓ.....	22
<b>4. MATERIAL E MÉTODOS</b> .....	23
4.1 MATÉRIA PRIMA E REAGENTES.....	23
4.2 CARACTERIZAÇÃO DO LEITE CONDENSADO AÇUCARADO COMERCIALIZADO NA REGIÃO OESTE DO PARANÁ.....	23
4.3 CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA, FÍSICO-QUÍMICA E MICROBIOLÓGICA DO LEITE E DO PERMEADO DO SORO DE LEITE MICRONIZADO.....	24
4.4 ELABORAÇÃO DE LEITE CONDENSADO AÇUCARADO SUBSTITUINDO LACTOSE ANIDRA POR PERMEADO DE SORO OBTIDO POR UF MICRONIZADO.....	24
4.5 DETERMINAÇÃO DA COMPOSIÇÃO CENTESIMAL E DAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS, REOLÓGICAS E DA COR DOS DIFERENTES TRATAMENTOS DE LEITE CONDENSADO AÇUCARADO.....	26
4.6 ANÁLISES MICROBIOLÓGICAS DOS DIFERENTES TRATAMENTOS DE LEITE CONDENSADO AÇUCARADO.....	27
4.7 ANÁLISE SENSORIAL.....	27
4.8 DETERMINAÇÃO DO DIÂMETRO DOS CRISTAIS DE LACTOSE.....	28
4.9 ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	29
<b>5. RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	30



5.1. CARACTERIZAÇÃO DOS LEITES CODENSADOS AÇUCARADOS COMERCIALIZADOS NA REGIÃO OESTE DO PARANÁ.....	30
5.2 CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA, FÍSICO-QUÍMICA E MICROBIOLÓGICA DO LEITE E DO PERMEADO DO SORO DE LEITE MICRONIZADO.....	42
5.3 COMPOSIÇÃO CENTESIMAL E PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DOS LEITES CONDENSADOS PRODUZIDOS .....	43
5.4 ANÁLISES MICROBIOLÓGICAS DO LEITE CONDENSADO ELABORADO.....	46
5.5 ANÁLISE SENSORIAL .....	46
5.6 RESULTADOS DA ANÁLISE DE COR .....	51
5.7 COMPORTAMENTO REOLÓGICO DOS LEITES CONDENSADOS .....	53
5.8 MICROSCOPIA ÓPTICA E MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA DOS CRISTAIS DE LACTOSE DOS LEITES CONDENSADOS PRODUZIDOS.....	56
<b>7 CONCLUSÕES .....</b>	<b>64</b>
<b>SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS .....</b>	<b>66</b>
<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>67</b>

## 1 INTRODUÇÃO

Entre os vinte e seis tipos de derivados lácteos exportados em 2015, os leites/leite condensado representaram 13,5% do valor anual exportado (CONAB, 2016). De janeiro a julho de 2017, as vendas externas de leite condensado totalizaram 12,2 mil toneladas, volume 25% maior do que o registrado no mesmo período do ano de 2016. O leite condensado brasileiro foi enviado para 25 países, sendo Arábia Saudita (25% do total do volume), Estados Unidos (18%), Trinidad e Tobago (11%) e Emirados Árabes (9%) os principais compradores (CEPEA, 2017).

Conforme o Regulamento de Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal (RIISPOA), entende-se por leite condensado “o produto resultante da desidratação parcial do leite com adição de açúcar ou o obtido mediante outro processo tecnológico com equivalência reconhecida pelo Departamento de Inspeção de Produtos de Origem Animal, que resulte em produto de mesma composição e características” (BRASIL, 2017).

No entanto, até então, a legislação brasileira não apresenta um Padrão de Identidade e Qualidade específico para este produto. Vários debates vem sendo realizados e, inclusive, a proposta de um Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade (RTIQ) foi colocada em consulta pública; no entanto, até o presente momento, não há um documento que especifique quais são os critérios químicos, físico-químicos e microbiológicos que este produto deva apresentar. Assim, as indústrias de leite e derivados nacionais orientam-se tendo como base as legislações de outros países e, como consequência, isso reflete uma gama de produtos no mercado com características diversas.

Em termos gerais, o comportamento do fluxo de leite concentrado muda com o conteúdo de sólidos porque a remoção de água durante o processo de evaporação provoca uma redução no espaçamento entre as partículas, tais como micelas de caseína, glóbulos de gordura, proteínas de soro, lactose e constituintes menores (PRENTICE, 1992).

No que se refere à cristalização de açúcares, apesar de o leite condensado conter sacarose e lactose, tem-se o tamanho dos cristais de lactose como um parâmetro de controle de qualidade particularmente importante, visto que é afetado significativamente pelas condições de processamento e que tem influência direta na

qualidade sensorial do produto, já que a arenosidade torna-se um problema devido a formação de grandes cristais perceptíveis ao paladar (HOLSINGER, 1997).

Segundo Holsinger (1997), para cristais produzirem uma textura arenosa, devem exceder ao tamanho de 16  $\mu\text{m}$ . Perrone et al. (2008) encontraram cristais com 14,6  $\mu\text{m}$  e em quantidade média de  $2,39 \times 10^8$ . Walstra (2001) considera que, para evitar a agregação e arenosidade os cristais não devem ultrapassar 10  $\mu\text{m}$ , e não conter mais de  $10^{10}$  cristais de lactose por grama de produto, valor também citado por Hunziker (1934) *apud* Mendes (2011) que afirma que, em leite condensado, os cristais não devem exceder 10 $\mu\text{m}$  e que, quando superam 30  $\mu\text{m}$ , tornam o produto arenoso.

A água presente no leite condensado pode reter somente metade da lactose presente na solução. A outra metade, então, irá precipitar na forma de cristais. Se a lactose livre se precipitar, cristais irão crescer e formar cristais de elevado tamanho (maiores que 10  $\mu\text{m}$ ), que trarão ao produto características indesejadas sob o ponto de vista sensorial. Para evitar a formação de grandes cristais, o processo de cristalização deve ser controlado, de forma que a lactose forme diversos pequenos cristais na solução supersaturada sob temperaturas normais de armazenamento (15°C-25°C) (FLAUZINO, 2007).

Desta forma, o leite condensado que sai do processo de evaporação a uma temperatura de aproximadamente 60°C deve ser rapidamente resfriado até a temperatura entre 25°C e 30°C e, nesta etapa, é necessário adicionar pequenos cristais de lactose (aproximadamente 0,05% do total de produto), que formarão os núcleos para a formação de cristais no produto. A seguir, o produto é resfriado a 20°C e mantido sob agitação lenta por cerca de 4 h (FLAUZINO, 2007; LEONHARDT, 2015).

O soro é um subproduto da indústria queijeira, sendo um dos resíduos mais poluentes da indústria alimentícia. Por ser um meio rico em proteínas e lactose, algumas alternativas têm sido utilizadas pela indústria láctea para o seu reaproveitamento, entre elas o uso da ultrafiltração. A ultrafiltração (UF) do soro separa as proteínas, que ficam retidas no concentrado, da lactose e sais, que formam o permeado, o qual pode ser utilizado como meio de fermentação, pois, além de ter um grande teor de lactose, contém minerais e vitaminas (MOULIN; GALZY, 1984). Quantitativamente, o componente mais importante do permeado é a lactose, podendo atingir mais que 40 g.L<sup>-1</sup> de permeado, já que praticamente toda a lactose do soro passa para o permeado no processo de ultrafiltração (SARON, 2003).

A micronização é um processo que diminui o tamanho de partícula a fim de maximizar a área de superfície de contato e melhorar a dissolução e a

biodisponibilidade do componente. Estas técnicas de micronização incluem secagem por pulverização (BROADHEAD, 1992), extração de solvente-emulsão (PUISIEUX, 1994) e processos baseados em cavitação, atrito, elevada tensão de corte e compactação (isto é, elevada homogeneização de pressão, microfluidização, moagem mília, ar jacto de moagem e moagem de bola) (BYERS, 1990).

Dessa forma, a utilização de um subproduto, nesse caso permeado de soro em pó micronizado, em substituição à lactose micronizada comercial na cristalização induzida em leite condensado açucarado torna-se importante sob o ponto de vista econômico e ambiental.

## 2 OBJETIVOS

### 2.1 OBJETIVO GERAL

Avaliar os efeitos da substituição da lactose comercial micronizada por permeado de soro em pó micronizado em leite condensado açucarado sobre a cristalização induzida da lactose presente no leite condensado açucarado, composição centesimal, propriedades físico químicas, microbiológicas, cor, propriedades reológicas e sensoriais.

### 2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Caracterizar as amostras de leite condensado açucarado comercializado na região oeste do Paraná quanto a composição centesimal, propriedades físico-químicas, propriedades reológicas, cor, microbiológicas e tamanho dos cristais;
- Elaborar os seguintes tratamentos de leite condensado açucarado: 01 ou controle (0,03% de lactose em pó micronizada), 02 (0,03% de permeado de soro em pó micronizado), 03 (0,033% de permeado de soro em pó micronizado) e 04 (sem adição de lactose/permeado de soro);
- Determinar a composição centesimal e as propriedades físico-químicas das diferentes formulações de leite condensado açucarado;
- Determinar as propriedades reológicas e a cor das formulações de leite condensado açucarado durante a vida útil do produto (120 dias);
- Caracterizar o diâmetro médio dos cristais de lactose nos leites condensados açucarados durante a vida útil do produtos (120 dias);
- Avaliar a aceitabilidade sensorial das diferentes formulações de leite condensado açucarado durante a vida útil (120 dias);

### 3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

#### 3.1 LEITE CONDENSADO AÇUCARADO

Leite condensado é o produto resultante da desidratação parcial do leite com adição de açúcar ou o obtido mediante outro processo tecnológico com equivalência reconhecida pelo Departamento de Inspeção de Produtos de Origem Animal, que resulte em produto de mesma composição e característica (BRASIL, 2017).

O *Codex Alimentarius* (1971) define este produto como o obtido por eliminação parcial da água do leite e adição de açúcar, ou mediante qualquer outro procedimento que permita obter um produto da mesma composição e características do leite (teor de gordura de, no mínimo 8%; extrato seco de, no mínimo, 28% e proteínas no extrato seco desengordurado de, no mínimo, 34%). O conteúdo de gordura e/ou proteína pode ser corrigido durante a produção, somente com a finalidade de cumprir os requisitos de composição, mediante adição ou extração dos constituintes do leite, de maneira que não se modifique a proporção entre proteína do soro e caseína do leite.

Gail Borden é considerado o inventor do leite condensado no ano de 1856. Entretanto, somente em 1885, nos Estados Unidos, começou-se a produção e comercialização industrial deste produto (PERRONE et al., 2011). A produção comercial de leite condensado aumentou gradualmente durante a Primeira e Segunda Guerras Mundiais. O leite condensado se tornou um dos principais produtos lácteos nos anos 1920, por causa do fácil transporte e da vida útil longa (SINGH, 2004).

O processamento de leite condensado resulta em um produto com alta concentração de solutos, quer em decorrência da concentração pela evaporação quer pela adição de sacarose, e, por conseguinte, inibe o crescimento da maioria dos microrganismos pela redução na atividade de água (WALSTRA, 2001; ROBINSON, 1981). No entanto, é possível o desenvolvimento de leveduras capazes de fermentar o açúcar produzindo gás, e de *Staphylococcus* spp. resistentes à alta pressão osmótica do meio, que podem causar desde um estufamento da embalagem, causada pela grande quantidade de CO<sub>2</sub>, até intoxicações alimentares, pois, as bactérias do gênero *Staphylococcus* spp. são potenciais produtoras de enterotoxinas (ALAIS, 1995).

### 3.2. ASPECTOS TECNOLÓGICOS DAS PRINCIPAIS ETAPAS DE FABRICAÇÃO DO LEITE CONDENSADO AÇUCARADO

De acordo com o Art. 657 do Regulamento de Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal (RIISPOA) em seu parágrafo único, são fases de fabricação do leite condensado: seleção de leite, padronização dos teores de gordura e de sólidos totais, pré-aquecimento, adição de xarope (solução de sacarose ou glicose), condensação, refrigeração, cristalização e enlatamento (BRASIL, 1952).

A definição das características do produto final que se deseja produzir pode ser obtida mediante uma dinâmica variação em cada uma das fases mencionadas e também em outros parâmetros como: composição do leite utilizado como matéria-prima (teores de gordura, lactose e proteína, sólidos totais e sólidos não gordurosos), forma de adição do açúcar (antes, durante ou após o pré-aquecimento e da mesma forma ao processo de concentração/evaporação), a condução dos processos de homogeneização (pressão), evaporação (temperatura), resfriamento (temperatura) e cristalização (temperatura, tempo, agitação, tamanho) (SANTOS et al., 2009).

#### 3.2.1. Recepção da matéria prima

O leite, matéria-prima básica utilizada para produção de leite condensado, deve conter as mesmas características quando este é utilizado na produção de outros produtos lácteos, tais como iogurtes, bebidas lácteas, doces e queijos (ZUCULA, 2012). Algumas características do leite devem ser observadas: o leite deve apresentar capacidade para tolerar a temperatura de aquecimento sem coagular (estabilidade das proteínas); estar isento da adição de neutralizantes de acidez e reconstituintes de densidade; isento de antibióticos; apresentar teor de gordura mínimo de 3,0%; densidade relativa a 15°C de 1,028 a 1,034 g.mL<sup>-1</sup>; acidez titulável 0,14 a 0,18g de ácido láctico.100mL<sup>-1</sup>; extrato seco desengordurado mínimo 8,4g.100g<sup>-1</sup>; índice crioscópico de -0,530 a -0,550°H e proteínas mínimo 2,9g.100g<sup>-1</sup> (BRASIL, 2011).

#### 3.2.2 Padronização do leite

Nesta etapa, ocorre padronização do teor de gordura, onde o leite passa por uma centrífuga padronizadora a fim de obter o teor de gordura desejado no produto final.

A quantidade de sólidos também deve ser padronizada pela adição de açúcar, que pode ser afetada pela adição de açúcar sólido antes do tratamento térmico e pela adição de xarope no evaporador (SILVA, 2016).

### 3.2.3 Pasteurização do leite

Conforme o preconizado pela legislação (BRASIL, 2017), entende-se por pasteurização “o tratamento térmico aplicado ao leite com objetivo de evitar perigos à saúde pública decorrentes de microrganismos patogênicos eventualmente presentes, e que promove mínimas modificações químicas, físicas, sensoriais e nutricionais.”

O processo mais comumente utilizado é a pasteurização rápida, que inibirá o desenvolvimento de microrganismos patogênicos e deteriorantes.

### 3.2.4 Adição da sacarose

A sacarose é um dissacarídeo, formado por uma molécula de glicose e uma de frutose em ligação  $\alpha$ -1,2, comercialmente extraída da cana-de-açúcar ou da beterraba. Forma soluções altamente concentradas, de elevado poder osmótico (efeito preservativo e umectante) e tem função crioprotetora em alimentos (OETTERER et al., 2006).

A sacarose é indiscutivelmente o primeiro soluto responsável pela diminuição da atividade de água ( $A_w$ ) do leite condensado açucarado. A concentração de sacarose em água, nos produtos lácteos concentrados, deve estar entre 0,625 e 0,645g.10g<sup>-1</sup>, sendo esta a faixa ideal para inibir o desenvolvimento de microrganismos e não propiciar a cristalização da sacarose no produto, pois, abaixo do valor 0,625 a atividade de água será maior que 0,85, tornando o produto microbiologicamente instável. Acima de 0,645 ocorre a cristalização da sacarose na solução, o que seria um defeito em produtos como o leite condensado (HALL; HEDRICK, 1971).

De acordo com Tan (2009), a sacarose é adicionada ao leite no produção de leite condensado para obter um produto de longa duração com pressão osmótica suficientemente alta para evitar a deterioração microbiana e intoxicação alimentar.

### 3.2.5 Concentração do leite

Este procedimento é geralmente realizado empregando a evaporação sob pressão reduzida, o que possibilita diminuir a temperatura e prevenir danos causados pelo aquecimento (WALSTRA et al., 2006).



A etapa de evaporação causa um aumento no teor de sólidos até a magnitude desejada no produto final. Normalmente são aplicadas temperaturas de evaporação que variam entre 45°C a 70°C de acordo com o número de efeitos do evaporador, de forma que quanto maior o número destes, menor será a diferença entre as temperaturas de ebulição do produto (PERRONE, 2011).

A temperatura de ebulição do produto está determinada pela pressão (reduzida) e, em menor grau, pela concentração do leite pelo aumento do ponto de ebulição (VARNAM; SUTHERLAND, 1994).

A eliminação parcial da água e o aumento da concentração de solutos no leite concentrado originam diversas alterações em suas propriedades. Segundo Walstra et al. (2006), as principais mudanças causadas pela concentração são:

- a) Redução da atividade de água;
- b) Mudança no equilíbrio salino: a concentração de cálcio micelar é ligeiramente aumentada, resultando na redução do pH;
- c) Mudanças na conformação das proteínas: devido à força iônica, ao pH e às mudanças no equilíbrio salino, aumenta-se a tendência das moléculas proteicas associarem-se em função do aumento de tamanho. Se o leite for intensamente pré-aquecido estas alterações ocorrerão em maior proporção, provavelmente devido à beta-lactoglobulina ( $\beta$ -Lg) e outras proteínas do soro que se associam com a caseína dificultando a associação entre estas;
- d) Mudanças em algumas propriedades físico-químicas: aumento da pressão osmótica, diminuição do ponto crioscópico, aumento do ponto de ebulição, aumento da condutividade elétrica, da densidade e do índice de refração, enquanto que a condutividade térmica diminui;
- e) Modificação das propriedades reológicas: aumenta a viscosidade.
- f) Diminuição do coeficiente de difusão.

O fator de concentração é a relação entre o teor de sólidos totais no produto concentrado e na matéria-prima. Durante a concentração, algumas substâncias tornam-se supersaturadas e podem precipitar após a cristalização. O leite é saturado em fosfato de cálcio e, devido à concentração, a quantidade de fosfato associado com as micelas de caseína aumenta. As mudanças nas propriedades como consequência do aumento do fator de concentração, modificam consideravelmente a velocidade das reações químicas e das mudanças físicas, diminuindo a velocidade na maioria dos casos (WALSTRA et al, 2006).

O comportamento do fluxo de leite concentrado muda com o conteúdo de sólidos, porque a remoção de água através do processo de evaporação provoca uma redução no espaçamento entre partículas, como micelas de caseína, glóbulos de gordura, proteínas de soro de leite, lactose e constituintes menores (PRENTICE, 1992).

### 3.2.6. Microcristalização da lactose

A lactose possui baixa solubilidade em água. Quando ocorre o aquecimento do leite, esse carboidrato sofre um aumento da solubilidade; porém, durante o resfriamento, ocorrem rearranjos moleculares e há formação de cristais (KOBBLITZ, 2011).

A inoculação de núcleos de cristalização, com posterior agitação, às soluções saturadas de açúcares, possibilita o controle do número e do tamanho dos cristais formados. O emprego de lactose em pó nas fabricações de leite condensado é uma técnica muito difundida para a obtenção de produtos que não apresentem cristais de lactose perceptíveis ao paladar. O processo de inoculação de lactose em pó, sob agitação e temperatura controlada, em produtos lácteos que se apresentam como uma solução saturada de lactose em água, é denominado nucleação secundária, induzida, forçada ou controlada (PERRONE, 2006).

A cristalização é caracterizada pela formação de um espectro de partículas cristalinas de diferentes tamanhos e o controle do tamanho dos cristais no produto é um problema cinético e não termodinâmico (JANCIC; GROOTSCHOLTEN, 1984 *apud* PERRONE, 2006).

É necessário o conhecimento da cinética do processo, bem como suas interações com propriedades de transferência de massa, energia e momento durante a formação dos cristais e no armazenamento para prevenir a cristalização de diversos produtos alimentícios (HARTEL, 1993).

Todo processo de cristalização e precipitação realizado a partir de solução caracteriza-se pelas etapas de formação da supersaturação, nucleação (primária e secundária) e crescimento cristalino, bem como fenômenos secundários, mas não menos importantes, como agregação, aglomeração, quebra, redissolução e amadurecimento (BRITO, 2007).

A primeira fase do fenômeno de cristalização é a geração da força motriz, conhecida como supersaturação, obtida pela evaporação do solvente ou resfriamento do sistema. A saturação de uma solução é alcançada quando nela está presente a

máxima quantidade de soluto que aquela quantidade de solvente pode dissolver. Sendo assim, a supersaturação da solução é obtida quando se acrescenta qualquer quantidade de soluto superior à quantidade de saturação, sem que ocorra a precipitação do soluto em questão. A segunda etapa do processo de cristalização é a nucleação. Esta pode ocorrer de forma ocasional, resultado da associação aleatória de moléculas de soluto em razão do movimento caótico da solução. Neste estágio, o aglomerado de moléculas de soluto recebe o nome de embrião. Este núcleo é primordial no processo de formação de cristais e, deve possuir um arranjo estável de moléculas de soluto em uma estrutura uniforme e ordenada, para dar origem a um cristal com forma regular (FINZER; MARTINS, 2011).

A principal característica da nucleação primária é o nascimento dos cristais na ausência de cristais, sendo que, se a solução é absolutamente pura, a nucleação ocorre pelo mecanismo de nucleação homogênea, enquanto que, se houver substâncias estranhas ao meio (pó, colóides e paredes do cristizador), a nucleação ocorre de forma heterogênea (NÝVLT et al., 2001). Segundo Jancic; Grootsholten (1984), o que caracteriza a nucleação secundária é que a presença de um cristal, na solução supersaturada, induz à formação de mais cristais, os quais não se formariam espontaneamente. O crescimento dos cristais é a última etapa do processo de cristalização. O aumento de tamanho das partículas (cristal) está relacionado com duas etapas, a etapa difusional em que o soluto migra da solução para a interface de uma camada de adsorção, e a etapa seguinte em que as moléculas se acoplam ao retículo cristalino, numa reação de primeira ordem (FINZER; MARTINS, 2011).

Muir (1990) esclarece que, para evitar uma textura arenosa em leite condensado, devido à formação de grandes cristais, deve-se semear cristais de lactose ao produto antes que a cristalização ocorra espontaneamente e, por meio do controle da temperatura de inoculação e da taxa de agitação, é possível obter cristais numerosos de tamanho mínimo.

A taxa de crescimento dos cristais de lactose aumenta de acordo com o aumento do grau de supersaturação, gerado pelo aumento no teor de sólidos do soro ou leite. A viscosidade excessiva da solução pode diminuir a velocidade de crescimento dos cristais devido à diminuição da mobilidade dos cristais (THURLBY, 1976).

A etapa de evaporação a vácuo do leite, causa o aumento no teor de sólidos até a magnitude desejada no produto final, diminui a atividade de água, contribuindo para a conservação do leite condensado e promove a saturação da lactose, tornando

o meio propício à cristalização desejada da mesma. Spreer (1991) enfatiza que a cristalização deve ser orientada para que ocorra a formação de inúmeros cristais pequenos imperceptíveis ao paladar. Esta microcristalização, como descreve Whittier (1944) *apud* Sá (2012), ocorre melhor a 30°C.

### 3.3 SORO DE LEITE

O soro de leite representa de 80 a 90% do volume total do leite utilizado durante a produção de queijos e contém, aproximadamente, 55% dos nutrientes do leite: proteínas solúveis, lactose, vitaminas, minerais e uma quantidade mínima de gordura. O soro pode ser utilizado na sua forma original para produção de bebidas lácteas e ricota. Porém, considerando o seu alto teor de água e a finalidade de agregar valor ao produto e a seus derivados, o soro pode ser concentrado. O produto concentrado é classificado, então, de acordo com o teor de proteína, e pode ter aplicações diversas, devido a suas características nutricionais e tecnológicas, que vão do seu uso como ingrediente alimentício à produção de medicamentos. No entanto, novas alternativas para o aproveitamento do soro são uma real necessidade dos laticínios, pois, dessa forma, podem trabalhar dentro das exigências dos órgãos de proteção ambiental (ALVES et al, 2014; PERRONE, 2006).

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, e no soro doce; pode ser obtido também pela precipitação ácida no pH isoeletrico das caseínas (pI = 4,6), resultando na caseína isoeletrica e no 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 (MORIN et al, 2007).

Devido ao elevado conteúdo de substâncias orgânicas presentes no soro de leite, associado principalmente à presença de lactose e proteínas, o seu poder poluente é considerado alto, com uma demanda bioquímica de oxigênio (DBO) que varia de 27 a 60 kg·m<sup>-3</sup> (PRAZERES et al., 2012).

O soro contém mais da metade dos sólidos presentes no leite, incluindo as proteínas do soro (20% da proteína total) e a maior parte da lactose, minerais e vitaminas hidrossolúveis (BALDASSO et al., 2011).

As proteínas do soro são solúveis em ampla faixa de pH, apresentam estrutura globular e contêm pontes dissulfeto, que conferem um determinado grau de estabilidade estrutural (AIMUTIS, 2004). As duas principais frações proteicas do soro são  $\beta$ -lactoglobulina ( $\beta$ -Lg) e  $\alpha$ -lactoalbumina ( $\alpha$ -La) que estão presentes em maior concentração e constituem, aproximadamente, 70% das proteínas totais do soro. Além dessas, são encontradas a albumina do soro bovino (BSA), imunoglobulina (Ig), glicomacropéptido (GMP) e subfrações, que se apresentam em pequenas concentrações no leite, como lactoferrina, lisozima, lactoperoxidase, entre outras (HARAGUCHI et al., 2006; METSÄMUURONEN; NYSTRÖM, 2009).

### 3.4 ULTRAFILTRAÇÃO DO SORO DE LEITE

Através da ultrafiltração obtém-se o concentrado de proteínas de soro do leite ou *Whey Protein Concentrate* (WPC), que apresenta teor de proteína entre 35% e 80%, enquanto o isolado de proteínas do soro do leite, ou *Whey Protein Isolate* (WPI), contém teor de proteína entre 80 a 95%, e é considerada uma das mais puras formas comerciais de WP (BRANS, 2006). Além disso, ainda pode-se obter proteína de soro hidrolisada, *Whey Protein Hidrolysed* (WPH), resultado da hidrólise das moléculas de proteínas do soro, que forma segmentos proteicos menores, tais como aminoácidos e peptídeos de baixo peso molecular (SINHA et al., 2017).

O permeado de soro (PS) é o resíduo do processo de concentração das proteínas do soro por ultrafiltração (UF), e contém nutrientes importantes, como lactose, minerais e pode conter traços de proteína e lipídeos (ZACARCHENCO et al., 2012). Em razão do alto conteúdo de nutrientes, o PS tem seu descarte no meio ambiente e assim como o soro, causam sérios danos ambientais (EL-KHAIR, 2009) e seu aproveitamento evitaria aumento de custos nas estações de tratamento de efluentes (ZACARCHENCO et al., 2012).

O permeado de soro contém, em média, 3% a 8% de proteínas de menor funcionalidade que as do soro, 68% a 85% de lactose, 8% a 20% de minerais (cinzas) e um conteúdo máximo de 1,5% de lipídeos (STOLIAR, 2009).

Pode ser utilizado em diversos produtos, tanto para alimentação humana quanto para alimentação animal, podendo ser aplicado em produtos cárneos, lácteos, panificação, confeitaria, *snacks*, salgadinhos, sorvetes, suplemento alimentar, ração animal, entre outros. Na panificação, por apresentar baixo teor de proteínas e alto teor de lactose, seu uso é recomendado quando o objetivo é desenvolver sabores

caramelizados e superfície ou casca com coloração marrom. O permeado de soro pode ainda promover melhora do sabor e da retenção de umidade, e substituir carboidratos (RUSSO, 2016).

O permeado atua no realce do sabor, de modo semelhante ao sal, sem agregar grandes quantidades de sódio ao produto em que é adicionado, o que é um fator positivo para a saúde do consumidor. A partir do permeado de soro pode-se, ainda, produzir lactulose, mistura de sais minerais do leite, separar a  $\alpha$ -lactoalbumina e isolar oligossacarídeos. Esses componentes podem ter aplicação na formulação de vários produtos lácteos e não lácteos (STOLIAR, 2009).

Parashar et al. (2015) propuseram uma nova aplicação do permeado de soro em pó como co-substrato ou um substituto parcial de água na fermentação de trigo para a produção de etanol utilizando *Saccharomyces cerevisiae*.

Devido ao alto teor de lactose apresentado, o emprego deste produto após a micronização na indução da cristalização de produtos lácteos concentrados, como leite condensado açucarado, poderia ser uma alternativa viável, sob o ponto de vista econômico e ambiental, e ainda não estudada.

### 3.5 MICRONIZAÇÃO DO PERMEADO DE SORO EM PÓ

A micronização é um processo de redução do tamanho das partículas de um material (VANDANA, 2014). Apesar de existirem diferentes técnicas de micronização, as mais comuns e acessíveis envolvem a trituração do material. O processo pode ser realizado tanto em temperatura ambiente quanto em temperaturas criogênicas, onde o processo recebe o nome de micronização criogênica (LAUX, 2015).

Na micronização criogênica é utilizado nitrogênio líquido para resfriar o material a temperaturas que ficam entre  $-120$  e  $-80^{\circ}\text{C}$ , antes de promover sua trituração (ASHTON, 2015).

Enquanto na micronização a temperatura ambiente gera partículas com tamanho entre  $0,210$  e  $0,420\text{mm}$ , na micronização criogênica consegue-se gerar partículas com tamanho entre  $0,105$  e  $0,210\text{ mm}$  (LAUX, 2015).

A micronização pode ser realizada até a temperaturas de  $120^{\circ}\text{C}$  (LAGARINHOS; TENORIO, 2008).

## 4. MATERIAL E MÉTODOS

### 4.1 MATÉRIA PRIMA E REAGENTES

O permeado de soro em pó micronizado (Lactose Industrial Micronizada) obtido por ultrafiltração micronizado através do método de trituração foi gentilmente cedido pela empresa Sooro. Os reagentes utilizados tinham padrão analítico, bem como os meios de cultura padrão microbiológico adequado.

### 4.2 CARACTERIZAÇÃO DO LEITE CONDENSADO AÇUCARADO COMERCIALIZADO NA REGIÃO OESTE DO PARANÁ

Foram adquiridas 11 marcas de leite condensado açucarado em supermercados localizados na região oeste do estado do Paraná. As amostras foram coletadas em sua embalagem original, encaminhadas e armazenadas no laboratório sob as condições descritas nas embalagens como adequadas. As amostras foram enumeradas de 1 à 11.

Antecedendo as análises, as amostras foram homogeneizadas por agitação das embalagens; em seguida, realizou-se a abertura e a homogeneização do conteúdo com bastão de vidro (BRASIL, 2006). As análises para caracterização da composição centesimal e das propriedades físico-químicas foram: umidade e voláteis e sólidos totais, por gravimetria em estufa à 85°C; cinzas, em forno mufla à 550°C; atividade de água que foi medida em equipamento determinador de atividade de água (Aqualab® 4TE, Decagon, São Paulo, Brasil); pH utilizando pHmetro digital; acidez em ácido láctico; lipídios, utilizando o método de Gerber; nitrogênio total, pelo método de Micro-Kjeldahl empregando como fator de correção 6,38; carboidratos, por diferença (BRASIL, 2006).

A análise reológica seguiu a metodologia proposta por Velez-Ruiz; Barbosa-Cánovas (1998) em Reômetro Modelo DV-III ultra programmable, browkfield, Stoughton, USA.

As cores das amostras foram avaliadas através do sistema de leitura de três parâmetros, o CIElab, proposto pela Comissão Internationale de l'Eclairage (CIE) em 1971, utilizando-se o colorímetro Konica Minolta Sensing, Ramsay, NJ, USA).

Os cristais de lactose foram medidos através de uma adaptação da metodologia utilizada para a determinação do tamanho de cristais de lactose em doce de leite, proposta por HOUGH et al. (1990), sendo que a avaliação microscópica foi realizada empregando Microscópio Óptico (Q7708S-4; Quimis, Diadema - SP) com lente objetiva de 40x.

Foram realizadas as seguintes análises microbiológicas: contagem de mesófilos aeróbios (ISO 4833, 2003); Coliformes termotolerantes (Petrifilm CC AFNOR 3M 01/2 09/89C, 2003); Coliformes totais (Petrifilm CC AOAC 986.33, 2003); bolores e leveduras (NF ISO 21527-1; NF ISO 21527-2, 2008); *Staphylococcus* Coagulase Positiva (UFC.g<sup>-1</sup>) (ISO 6888-1, 1999); *Listeria monocytogenes* (UFC.g<sup>-1</sup>) (AOAC 2004.02) e *Salmonella* sp (UFC.25g<sup>-1</sup>) (AOAC 2011.03).

#### 4.3 CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA, FÍSICO-QUÍMICA E MICROBIOLÓGICA DO LEITE E DO PERMEADO DO SORO DE LEITE MICRONIZADO

As análises químicas e físico-químicas do leite e do permeado de soro de leite em pó micronizado, que seguiram o disposto na Instrução Normativa nº 68 (BRASIL, 2006), foram: lipídios, pelo método butirométrico de Gerber; carboidratos, por diferença; proteínas totais, pelo método de Kjeldahl; umidade e sólidos totais pelo método gravimétrico de secagem em estufa; cinzas pelo método de incineração em forno Mufla; acidez pelo método titulométrico e pH pelo método potenciométrico.

O permeado de soro em pó micronizado foi analisado quanto aos seguintes critérios microbiológicos: contagem de mesófilos aeróbios (ISO 4833, 2003), Coliformes totais (Petrifilm CC AOAC 986.33, 2003), Coliformes termotolerantes (Petrifilm CC AFNOR 3M 01/2 09/89C, 2003), bolores e leveduras (NF ISO 21527-1; NF ISO 21527-2, 2008), *Salmonella* sp (AOAC 2011.03) e *Listeria monocytogenes* (AOAC 2004.02)

#### 4.4 ELABORAÇÃO DE LEITE CONDENSADO AÇUCARADO SUBSTITUINDO LACTOSE ANIDRA POR PERMEADO DE SORO OBTIDO POR UF MICRONIZADO

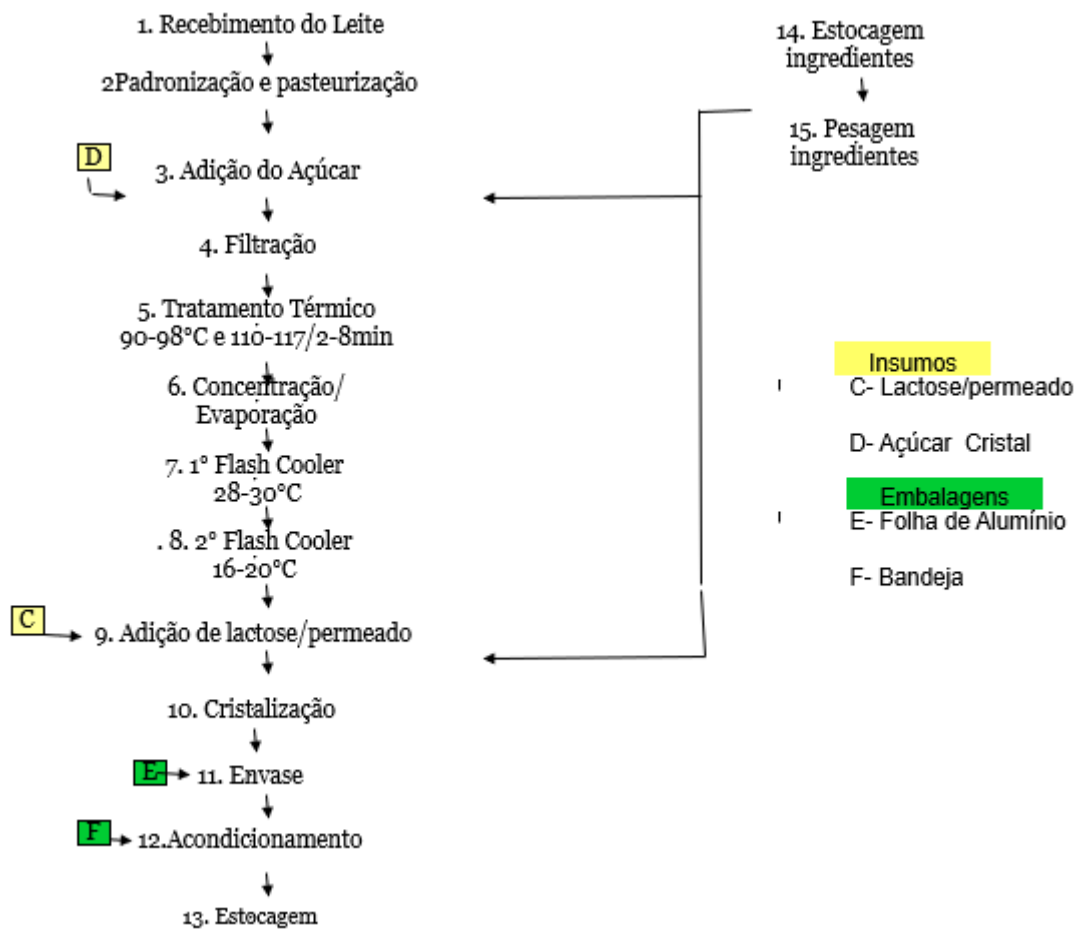
Foram elaboradas quatro formulações: 01 ou controle (0,03% de lactose em pó micronizada comercial), 02 (0,03% de permeado de soro em pó micronizado), 03 (0,033% de permeado de soro em pó micronizado) e 04 (sem adição de



permeado/lactose), em triplicata. A concentração de 0,033% de permeado de soro em pó micronizado foi utilizado devido ao permeado de soro em pó micronizado conter cerca de 10% a menos de lactose, por isso, adicionou-se 10% a mais do permeado de soro em pó micronizado. Os tratamentos foram elaborados em uma planta industrial de produção de leite condensado localizada na região oeste do Paraná.

Os tratamentos foram obtidos conforme o fluxograma abaixo (Figura 1).

**Figura 1 – Fluxograma de fabricação dos leites condensados elaborados**



Fonte: Autoria própria.

O leite sofreu o processo de pasteurização a 72-75°C por 15-20 segundos. Após resfriado a temperatura de, no máximo, 4°C e adicionado do açúcar cristal, na concentração de 19,35% (m.m<sup>-1</sup>), o produto alimentou o evaporador tubular de duplo efeito (Anydro APV; São Bernardo do Campo – SP), a uma temperatura de 15°C e cerca de 24% de sólidos. Realizou-se a alimentação através do uso de um tanque de equilíbrio, que tem por objetivo absorver flutuações do processo, e bomba centrífuga sanitária com vazão controlada através de válvula macrométrica.

A mistura sofreu um pré-aquecimento de 45°C para a primeira serpentina e passou para a segunda serpentina a uma temperatura de 65°C, logo após seguiu para o primeiro efeito do trocador de calor com temperatura de 90-98°C, por 2-8 minutos, passando para o segundo efeito do pasteurizador a uma temperatura por 110-117°C por 2-8 minutos.

Na temperatura de pasteurização, o leite com açúcar sofreu um retardo e posteriormente alimentou o evaporador de forma reversa. Passou-se por uma série de estágios dimensionados para evitar aparecimento de cores escuras no produto final, o produto sofreu um decréscimo de temperatura, ao longo da evaporação.

Saindo do evaporador, alimentou-se o leite com açúcar em um trocador de calor para ser reaquecido com o condensado da planta e então foi enviado para o tanque de retardo, o qual tem a função principal de realizar o acerto da viscosidade desejada.

Do tanque de retardo o leite com açúcar concentrado a aproximadamente 67% de sólidos totais foi bombeado para o *Flash Cooler*, onde sofreu um resfriamento em dois estágios: primeiro estágio resfriado a 28-30°C e no segundo a 16-20°C. Neste ponto o produto atingiu em torno de 69% de sólidos totais.

Após essa etapa, enviou-se o leite condensado para o tanque de cristalização, onde ou não se adicionou nada (tratamento 04) ou promoveu-se a adição da lactose em pó micronizada (tratamento 01) e do permeado de soro em pó micronizado (tratamentos 02 e 03) para orientar a cristalização do produto. Os produtos permaneceram por, no mínimo, 04 horas em homogeneização com velocidade de 30 rpm, a uma temperatura de 25°C. O envase ocorreu em máquina CFA 712-32 da SIG, de 10/2004, Alemanha, em embalagens esterilizadas *SIG Combibloc* contendo 395g cada.

#### 4.5 DETERMINAÇÃO DA COMPOSIÇÃO CENTESIMAL E DAS PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS, REOLÓGICAS E DA COR DOS DIFERENTES TRATAMENTOS DE LEITE CONDENSADO AÇUCARADO

Os leites condensados açucarados foram submetidos às seguintes análises para determinação da composição centesimal e propriedades físico-químicas: umidade e voláteis e sólidos totais, por gravimetria em estufa à 85°C; cinzas, em forno mufla à 550°C; nitrogênio total, pelo método de Micro-Kjeldahl empregando como fator de correção 6,38; lipídios, utilizando o método de Gerber; carboidratos, por diferença;

acidez em ácido láctico e pH utilizando pHmetro digital (BRASIL, 2006). A atividade de água foi medida em equipamento determinador de atividade de água (Aqualab® 4TE, Decagon, São Paulo, Brasil).

A análise reológica seguiu a metodologia proposta por Velez-Ruiz; Barbosa-Cánovas (1998) em Reômetro Modelo DV-III ultra programmable, Browkfield, Stoughton, USA.

As cores das amostras foram avaliadas através do sistema de leitura de três parâmetros, o CIElab, proposto pela Comissão Internationale de l'Eclairage (CIE) em 1971, utilizando-se o colorímetro Konica Minolta Sensing, Ramsay, NJ, USA).

#### 4.6 ANÁLISES MICROBIOLÓGICAS DOS DIFERENTES TRATAMENTOS DE LEITE CONDENSADO AÇUCARADO

Com o objetivo de avaliar a segurança microbiológica para a realização da avaliação sensorial, os diferentes tratamentos foram submetidos nos tempos 1, 9, 24, 54, 84 e 114 dias às análises microbiológicas de contagem de mesófilos aeróbios (ISO 4833, 2003), Coliformes totais (Petrifilm CC AOAC 986.33, 2003), Coliformes termotolerantes (Petrifilm CC AFNOR 3M 01/2 09/89C, 2003) e bolores e leveduras (NF ISO 21527-1; NF ISO 21527-2, 2008), *Salmonella* sp (AOAC 2011.03); *Listeria monocytogenes* (AOAC 2004.02) e *Staphylococcus* Coagulase Positiva (ISO 6888-1, 1999).

#### 4.7 ANÁLISE SENSORIAL

Submeteu-se o estudo ao Comitê de Ética em Pesquisa envolvendo Seres Humanos da UTFPR para que fosse avaliado e aprovado, e então desenvolvido, conforme a Resolução CNS nº 466/12 do Conselho Nacional de Saúde (CAAE nº 69764017.5.0000.5547).

Antes da realização da análise sensorial propriamente dita, todos os provadores receberam o Termo de Consentimento Livre e Esclarecido (TCLE), para ser lido e assinado, contando com todas as informações referentes ao produto a ser avaliado (Anexo I), com a liberdade de se negarem a participação na avaliação sensorial.

Realizou-se o teste de aceitabilidade utilizando a escala hedônica de nove pontos, variando de gostei muitíssimo (09) até desgostei muitíssimo (01), onde foram avaliados os atributos aparência, aceitação global, sabor, textura, cor e aroma, utilizando-se a metodologia 165/IV recomendada pelo Instituto Adolfo Lutz – IAL (2008). Juntamente avaliou-se a intenção de compra do produto com a escala estruturada de 5 pontos, conforme o anexo II (Ficha de análise sensorial) conforme SOARES et al, (2016).

Foram recrutados 112 julgadores não treinados (HOUGH et al., 2006), com idade superior a 18 anos, consumidores habituais de leite condensado açucarado. Serviu-se as amostras de forma aleatória, empregando luz branca, com a temperatura de, aproximadamente, 25° C, em copos plásticos codificados com números aleatórios de 3 dígitos. As amostras estavam acompanhadas por um copo de água, e os provadores foram orientados a bebê-la entre uma amostra e outra para remoção do sabor residual e limpeza das papilas gustativas. Realizou-se os testes no laboratório de Análise Sensorial da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, em Medianeira, em 8 cabines individuais e em horários previamente estabelecidos. As diferentes formulações foram analisadas nos tempos 7, 15, 30, 60, 90 e 120 dias.

#### 4.8 DETERMINAÇÃO DO DIÂMETRO DOS CRISTAIS DE LACTOSE

De acordo com a literatura, não existe uma técnica analítica oficial para as mensurações do tamanho e número dos cristais de lactose para o leite condensado. Portanto, para a realização dos trabalhos microscópicos foi adaptada a metodologia utilizada para a determinação do tamanho de cristais de lactose em doce de leite, de acordo com HOUGH et al. (1990), sendo a avaliação microscópica foi realizada empregando Microscópio Óptico (Q7708S-4; Quimis, Diadema - SP) com lente objetiva de 40x.

Além disso, utilizou-se microscópio eletrônico de varredura para visualização da forma e superfície dos cristais no tempo 120 dias, como proposto por Brito (2007).

#### 4.9 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os resultados foram submetidos à análise de variância e, os resultados que apresentaram diferença significativa ao nível de 5% de probabilidade, foram submetidos ao Teste de Tukey. Utilizou-se o programa Statistica na versão 11.0 para interpretação dos resultados.

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 5.1. CARACTERIZAÇÃO DOS LEITES CODENSADOS AÇUCARADOS COMERCIALIZADOS NA REGIÃO OESTE DO PARANÁ

Foram analisadas 11 amostras comerciais de um total de 36 marcas que são comercializadas no Brasil, perfazendo 30,56%.

Os resultados referentes a composição centesimal e propriedades físico-químicas das diferentes marcas de leite condensado açucarado comercializadas no Paraná encontram-se na Tabela 1.

A umidade de um alimento fornece uma noção do teor de água total no mesmo (BOLZAN, 2013). Dentre as legislações disponíveis para o leite condensado açucarado não há indicações do nível de umidade que o produto deve apresentar; porém, a Tabela Brasileira de Composição dos Alimentos (TACO) (BRASIL, 2016) traz que o produto deve possuir cerca de 27% de umidade. Shimoda et al. (2001) encontraram o valor de 25,5% de umidade. Comparando os valores referenciados na literatura com os obtidos no presente trabalho é possível verificar que todas as amostras analisadas apresentaram valores de umidade superiores.

Os sólidos totais ou extrato seco total, como também podem ser denominados, englobam todas os ingredientes do produto com exceção da água. O RIISPOA (BRASIL, 1952) preconiza que o teor de extrato seco total do leite no leite condensado deveria ser de, no mínimo, 28% ( $m.m^{-1}$ ). No entanto, na Tabela 01 encontra-se o teor de sólidos totais do produto, lácteos e não lácteos. Ao efetuar um breve cálculo, subtraindo-se a quantidade de sacarose do teor de sólidos totais é possível verificar que todas as amostras apresentam um teor de sólidos totais do leite inferior ao recomendado pela legislação.

Comparando os valores obtidos para umidade com os valores apresentados por Dos Santos (2012), onde a média de umidade foi de 26,78%; com os valores descritos por Renhe et al. (2011), onde a média de umidade foi 27,41%, e com os valores apresentados por Brondi et al. (2011), onde a média par umidade foi de 20,24%, pode-se observar que todas as amostras analisadas obtiveram valores de umidade superiores aos supracitados e, conseqüentemente, valores inferiores de sólidos totais. Segundo EARLY (1998), a redução excessiva do teor de umidade do leite condensado açucarado favorece o processo desordenado de cristalização da lactose, levando a formação de cristais grandes e perceptíveis ao paladar.

Tabela 1 – Composição centesimal e propriedades físico-químicas de leites condensados açucarados comercializados na região Oeste do Paraná.

Amostras*	Umidade e voláteis (%)	Sólidos Totais (%)	Cinzas (%)	Atividade de água	pH	Acidez em ácido láctico (%)	Lipídios (%)	Proteína (%)	Carboidratos totais (%)
1	31,47 ± 0,01 <sup>a**</sup>	68,53 ± 0,01 <sup>a</sup>	1,42 ± 0,03 <sup>d</sup>	0,8718 ± 5,5x10 <sup>-4 a</sup>	6,89 ± 0,01 <sup>g</sup>	0,32 ± 0,00 <sup>a</sup>	6,30 ± 0,05 <sup>h</sup>	6,24 ± 0,19 <sup>c</sup>	54,57 ± 0,09 <sup>b</sup>
2	32,51 ± 0,08 <sup>a</sup>	67,49 ± 0,08 <sup>a</sup>	1,44 ± 0,02 <sup>d</sup>	0,8589 ± 5x10 <sup>-4 a</sup>	6,95 ± 0,01 <sup>ef</sup>	0,26 ± 0,01 <sup>cde</sup>	11,55 ± 0,03 <sup>a</sup>	7,41 ± 0,01 <sup>abc</sup>	47,09 ± 0,86 <sup>e</sup>
3	32,20 ± 0,34 <sup>a</sup>	67,80 ± 0,34 <sup>a</sup>	1,56 ± 0,02 <sup>c</sup>	0,8296 ± 4,5x10 <sup>-4 a</sup>	6,91 ± 0,00 <sup>fg</sup>	0,31 ± 0,01 <sup>ab</sup>	7,20 ± 0,10 <sup>g</sup>	8,14 ± 0,02 <sup>ab</sup>	50,90 ± 0,38 <sup>c</sup>
4	32,26 ± 0,01 <sup>a</sup>	67,74 ± 0,01 <sup>a</sup>	1,71 ± 0,02 <sup>ab</sup>	0,8430 ± 5x10 <sup>-5 a</sup>	6,95 ± 0,01 <sup>ef</sup>	0,31 ± 0,01 <sup>ab</sup>	10,80 ± 0,05 <sup>b</sup>	7,87 ± 0,02 <sup>abc</sup>	47,36 ± 0,09 <sup>de</sup>
5	31,97 ± 0,33 <sup>a</sup>	68,03 ± 0,33 <sup>a</sup>	1,16 ± 0,00 <sup>e</sup>	0,8835 ± 2,5x10 <sup>-4 a</sup>	6,96 ± 0,00 <sup>e</sup>	0,20 ± 0,01 <sup>f</sup>	4,80 ± 0,20 <sup>i</sup>	3,75 ± 0,09 <sup>d</sup>	58,33 ± 0,33 <sup>a</sup>
6	32,67 ± 0,24 <sup>a</sup>	67,33 ± 0,24 <sup>a</sup>	1,58 ± 0,04 <sup>c</sup>	0,8515 ± 1x10 <sup>-4 a</sup>	7,24 ± 0,01 <sup>a</sup>	0,23 ± 0,00 <sup>ef</sup>	11,55 ± 0,10 <sup>a</sup>	8,31 ± 0,06 <sup>ab</sup>	45,90 ± 0,62 <sup>e</sup>
7	32,89 ± 0,14 <sup>a</sup>	67,11 ± 0,14 <sup>a</sup>	1,59 ± 0,01 <sup>c</sup>	0,8537 ± 3x10 <sup>-4 a</sup>	7,04 ± 0,05 <sup>bc</sup>	0,26 ± 0,00 <sup>cd</sup>	9,90 ± 0,05 <sup>e</sup>	7,80 ± 0,01 <sup>abc</sup>	47,82 ± 0,02 <sup>de</sup>
8	32,84 ± 0,42 <sup>a</sup>	67,16 ± 0,42 <sup>a</sup>	1,57 ± 0,00 <sup>c</sup>	0,8318 ± 2,5x10 <sup>-4 a</sup>	7,06 ± 0,01 <sup>b</sup>	0,24 ± 0,01 <sup>de</sup>	9,00 ± 0,25 <sup>f</sup>	6,97 ± 0,05 <sup>bc</sup>	49,62 ± 0,74 <sup>cd</sup>
9	32,04 ± 0,31 <sup>a</sup>	67,96 ± 0,31 <sup>a</sup>	1,60 ± 0,01 <sup>bc</sup>	0,8580 ± 5x10 <sup>-5 a</sup>	7,01 ± 0,01 <sup>cd</sup>	0,24 ± 0,01 <sup>de</sup>	10,50 ± 0,01 <sup>c</sup>	7,76 ± 0,02 <sup>abc</sup>	48,09 ± 0,51 <sup>de</sup>
10	32,20 ± 0,38 <sup>a</sup>	67,80 ± 0,37 <sup>a</sup>	1,71 ± 0,00 <sup>ab</sup>	0,8448 ± 2,5x10 <sup>-4 a</sup>	6,95 ± 0,05 <sup>ef</sup>	0,28 ± 0,00 <sup>bc</sup>	10,05 ± 0,10 <sup>d</sup>	8,88 ± 0,14 <sup>a</sup>	47,16 ± 1,41 <sup>de</sup>
11	31,67 ± 1,45 <sup>a</sup>	68,33 ± 1,45 <sup>a</sup>	1,78 ± 0,01 <sup>a</sup>	0,8365 ± 1,5x10 <sup>-4 a</sup>	6,99 ± 0,05 <sup>de</sup>	0,29 ± 0,00 <sup>bc</sup>	10,80 ± 0,05 <sup>b</sup>	7,64 ± 0,02 <sup>abc</sup>	48,11 ± 1,13 <sup>de</sup>
<b>Média</b>	32,24 ± 0,34	67,75 ± 0,34	1,55 ± 0,01	0,8518 ± 2,6x10 <sup>-4</sup>	7,00 ± 0,02	0,27 ± 0,01	9,31 ± 0,09	7,34 ± 0,06	49,54 ± 0,56

Nota: \*Amostras enumeradas de 01 a 11 referem-se às marcas de leite condensado açucarado analisadas. \*\* Médias de três repetições ± erro padrão seguidas pela mesma letra (na coluna) indicam não haver diferença significativa ao nível de 5% de probabilidade.

Fonte: Autoria própria.

O resíduo mineral fixo (também chamado de cinzas) é o produto inorgânico que permanece após a queima da matéria orgânica da amostra, que é transformada em  $\text{CO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{O}$  e  $\text{NO}_2$ . Os elementos minerais se apresentam sob a forma de óxidos, sulfatos, fosfatos, silicatos e cloretos, dependendo das condições de incineração e da composição do alimento. Esta determinação fornece uma indicação da riqueza dos elementos minerais na amostra (BRASIL, 2014). O leite é uma fonte excelente da maioria dos sais minerais. Como não há legislação para o leite condensado açucarado, os resultados obtidos foram comparados com os valores médios estabelecidos na TACO (BRASIL, 2016), sendo este de 1,60%. Portanto os valores obtidos (Tabela 01) encontram-se próximos do estipulado, com exceção da amostra 5 que atingiu resultado muito inferior ao estabelecido e diferiu-se significativamente das demais amostras ( $p < 0,05$ ). Comparando os valores com os trabalhos realizados por Brondi et al (2011), que obtiveram a média de 1,88%, e Shimoda et al. (2001) que encontraram o valor de 1,9%, pode-se verificar que as amostras analisadas apresentaram menor teor de cinzas.

A determinação da atividade de água é de extrema importância, uma vez que está correlacionada com a qualidade e segurança microbiológica deste derivado lácteo (RENHE et al., 2017). O valor aproximado de atividade de água igual a 0,83 encontrado para o leite condensado se deve principalmente ao seu elevado teor em açúcar, o que não impede o desenvolvimento de todos os microrganismos sendo, portanto, o leite condensado considerado um produto não estéril, contendo bactérias e esporos (WALSTRA et al., 2001). JAY (1994) indica que o leite condensado deve possuir atividade de água de 0,80 a 0,87 e, observando os dados da Tabela 1, é possível verificar que todas as amostras apresentam-se dentro desta faixa.

Em relação aos valores de pH, apenas a amostra 06 diferiu significativamente das demais ( $p < 0,05$ ). Como este atributo não é legislado, consultando a literatura, os valores obtidos assemelham-se aos encontrados por Ferreira et al (2016), entre 6,61 a 6,86.

Segundo Brito et al. (2017), a acidez titulável é um teste amplamente utilizado nas indústrias de laticínios pois além de verificar a qualidade da matéria prima, contribui para o controle dos produtos, sendo expressa em percentual de ácido láctico para o leite condensado. O RIISPOA apresenta os limites que este produto deve apresen-



tar, sendo este 0,08 a 0,16 (cg %ácido láctico) (BRASIL, 1952), quando diluído na proporção 1:5. Como no referido trabalho não foi seguida esta prática, os valores de acidez em percentual de ácido láctico variaram entre 0,20 e 0,32.

Os valores obtidos para o teor de lipídios estão dispostos na Tabela 1 e foram comparados com os valores estipulados pelo *Codex alimentarius* (1971), pela legislação vigente na Nova Zelândia (AUSTRALIA NEW ZEALAND FOOD AUTHORITY, 2002) e nos Estados Unidos (UNITED STATES, 2009), que preveem mínimo 8% ( $\text{m.m}^{-1}$ ). Apenas as amostras 1, 3 e 5 se apresentaram em desacordo com os parâmetros adotados. Shimoda et al. (2001) encontraram o valor médio de 8,3% de gordura ao analisarem amostras de leite condensado comercializados na cidade de Bangladesh.

O leite contém cerca de 95% de compostos nitrogenados proteicos e, dentre os vários tipos de proteína, a principal encontrada no leite é a caseína (MENDES, 2011). Analisando os valores obtidos, é possível verificar que a amostra 5 diferiu significativamente das demais por apresentar menor teor e a amostra 10 por apresentar maior percentual de proteínas ( $p < 0,05$ ) (Tabela 01). Essas discrepâncias de valores para proteínas podem ser explicadas tanto pela composição do leite de partida, o qual deu origem ao produto, quanto pela quantidade de açúcar adicionado ao produto, em especial para a amostra 5 para a qual se observa o menor percentual de proteínas. Ao comparar os resultados obtidos neste trabalho com os valores apresentados por Brondi et al. (2011), entre 7,43% a 10,36%, e Shimoda et al. (2001), em torno de 7,9% de proteínas, verifica-se que todas as amostras, com exceção da 05, situam-se dentro da faixa citada na literatura.

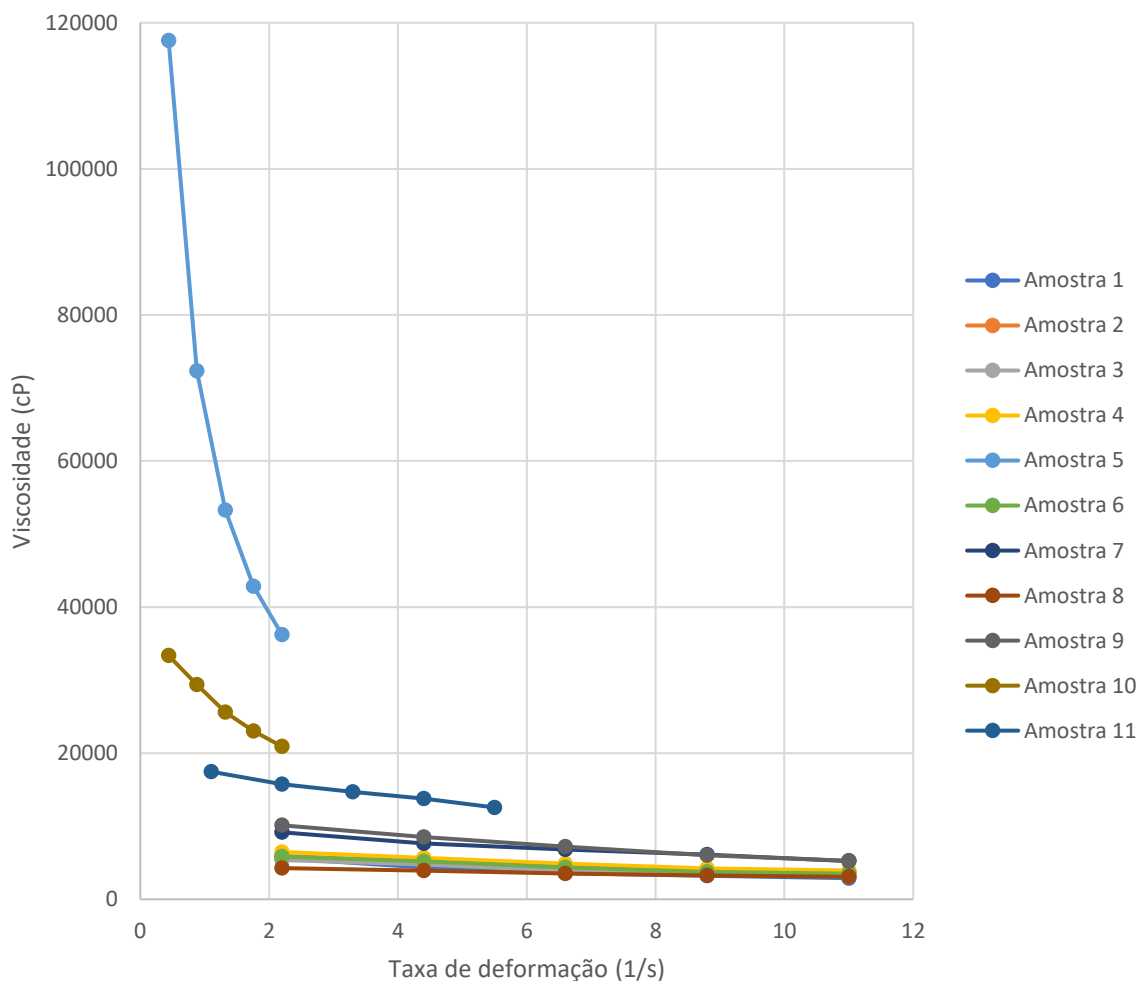
Em relação ao teor de carboidratos encontrados para as amostras, como o produto em questão é o leite condensado açucarado e no processo produtivo é realizado a adição de açúcar, este carboidrato também foi contabilizado para expressar o resultado. Os valores determinados nas amostras foram inferiores aos valores indicados por Asaduzzaman et al. (2007) e na TACO (2011), com exceção das amostras 1 e 5.

Na Figura 2, está demonstrado o comportamento reológico dos leites condensados açucarados comercializados na região oeste do Paraná. Verifica-se que a viscosidade aparente diminuiu com o aumento da taxa de deformação, em todas as amostras, característica de fluidos pseudoplásticos (McCLEMENTS, 2005). Uma das teorias para essa queda da viscosidade frente à tensão de cisalhamento deve-se à

quebra de unidades estruturais do fluido devido a forças hidrodinâmicas geradas durante o cisalhamento (RAO, 1999).

As amostras 1, 2, 3, 4, 6, 7, 8, 9 apresentaram comportamento reológico similar. Porém, as amostras 5, 10 e 11 diferiram das demais e, em especial a amostra 5 apresentou tensão de cisalhamento e viscosidade aparente superior às demais marcas nas crescentes taxas de deformação.

**Figura 2 - Análises reológicas das 11 amostras de leites condensados comercializados na região oeste do Paraná**



Fonte: Autoria própria.

O comportamento da amostra 5 pode ser justificada devido a composição química diferenciada das demais amostras, apresentando baixo teor de lipídios e proteínas e alto valor de carboidratos (Tabela 01), ou seja, alto valor de sólidos solúveis. De acordo com Rao (1999), Adorno (1997) e Cabral (2000) *apud* Flauzino (2007), a viscosidade aumenta com o aumento da concentração de sólidos solúveis ou insolúveis para um determinado fluido, e se deve a diversos aspectos, como o aumento do atrito entre as moléculas devido ao aumento da interação molecular, formato das partículas, efeitos eletroviscosos, entre outros, sem existir uma teoria para prever estes comportamentos devido à complexidade destes sistemas. Um outro ponto que pode influenciar na alta viscosidade está relacionado ao alto teor de carboidratos da amostra, pois conforme Eliasson (2006), a solubilidade da lactose reduz em presença da sacarose em soluções aquosas. Ainda, este resultado pode estar associado, conforme Parry (1974) *apud* Felberg (1994), ao excessivo espessamento durante o processamento que resulta na gelatinização indesejável durante o armazenamento. Este espessamento que pode ser por pré-aquecimento inadequado, alta acidez do leite, alta concentração de sólidos, alta temperatura de estocagem entre outros fatores, é medido e expresso como viscosidade relativa.

Por sua vez, o comportamento apresentado pela amostra 10 pode estar associado ao alto teor de proteína e a presença de cristais de lactose muito grandes (conforme item 5.5). A relação de viscosidade e tamanho dos cristais de lactose também foram observadas por Goulard; Hartel (2017), que verificaram que com o progresso da cristalização, a presença de cristais contribui para um aumento na viscosidade global da pasta.

O leite condensado açucarado, devido às características de matéria-prima, como a presença de açúcar redutor, proteínas, atividade de água intermediária, e características tecnológicas como emprego de temperatura, quer na pasteurização quer na concentração, apresenta condições propícias para o desenvolvimento da reação de Maillard e, conseqüente, alteração nas características sensoriais que, dependendo da intensidade, podem se tornar prejudiciais e indesejáveis para o consumidor (LEONHARDT, 2015).

Na Tabela 2 estão apresentados os resultados da leitura da coloração através dos parâmetros L, a\* e b\*.

**Tabela 2 – Resultados das análises de cor de amostras comerciais de leite condensado açucarado obtidos na região Oeste do Paraná.**

<b>Amostra*</b>	<b>L</b>	<b>a*</b>	<b>b*</b>
<b>1</b>	59,18 ± 1,30 <sub>ad**</sub>	- 5,89 ± 1,67 <sup>b</sup>	20,09 ± 0,36 <sup>e</sup>
<b>2</b>	56,11 ± 2,47 <sup>d</sup>	- 5,68 ± 0,19 <sup>b</sup>	19,47 ± 0,80 <sup>ef</sup>
<b>3</b>	62,77 ± 1,08 <sup>a</sup>	- 7,13 ± 0,35 <sup>c</sup>	19,52 ± 0,07 <sup>ef</sup>
<b>4</b>	57,40 ± 1,72 <sup>d</sup>	- 7,14 ± 0,33 <sup>c</sup>	18,48 ± 0,31 <sup>f</sup>
<b>5</b>	48,23 ± 2,74 <sup>b</sup>	- 3,31 ± 0,30 <sup>a</sup>	18,89 ± 0,85 <sup>ef</sup>
<b>6</b>	54,72 ± 0,33 <sup>cd</sup>	- 7,43 ± 0,01 <sup>c</sup>	15,37 ± 0,10 <sup>d</sup>
<b>7</b>	56,60 ± 0,45 <sup>d</sup>	- 6,98 ± 0,06 <sup>c</sup>	16,55 ± 0,13 <sup>cd</sup>
<b>8</b>	49,28 ± 0,36 <sup>bc</sup>	- 7,63 ± 0,06 <sup>c</sup>	12,92 ± 0,04 <sup>a</sup>
<b>9</b>	53,77 ± 1,50 <sup>cd</sup>	- 7,11 ± 0,13 <sup>c</sup>	16,96 ± 0,07 <sup>bcd</sup>
<b>10</b>	48,86 ± 0,82 <sup>bc</sup>	- 2,57 ± 0,25 <sup>a</sup>	19,26 ± 0,01 <sup>ef</sup>
<b>11</b>	55,36 ± 1,14 <sup>d</sup>	- 7,39 ± 0,27 <sup>c</sup>	17,39 ± 0,35 <sup>bc</sup>

Nota: \*Amostras enumeradas de 01 a 11 referem-se às marcas de leite condensado açucarado analisadas. \*\* Médias de três repetições ± erro padrão seguidas pela mesma letra (na coluna) indicam não haver diferença significativa ao nível de 5% de probabilidade.

Fonte: Autoria própria.

O parâmetro L indica a luminosidade da amostra, isto é, quanto maior o valor de L mais clara será o leite condensado açucarado. Observa-se que a amostra 3 apresentou-se mais clara que as demais ( $p < 0,05$ ), enquanto que as amostras 2, 4, 7 e 11 apresentaram-se mais escuras ( $p < 0,05$ ). Leonhardt (2015) encontrou na amostra comercial após estocagem de 30 dias o valor de L de 73,49, enquanto Estrela (2017) o valor de L de  $44,14 \pm 0,13$ . As marcas 5 e 10 apresentaram resultados próximos aos encontrados por Estrela et al. (2017). Há grande variabilidade em relação à luminosidade e esta pode estar associada ao tempo de estocagem, temperatura empregada e a composição da matéria-prima, fatores esses que podem acelerar ou não a Reação de Maillard. O leite condensado, por características de matéria-prima, com a presença de açúcar redutor, aminoácidos, baixa atividade de água e perfil de produção com muito tempo de exposição a altas temperaturas, apresenta condições propícias para o desenvolvimento da reação de Maillard e consequente alteração nas características sensoriais que pode se tornar prejudicial e indesejável para o consumidor (LEONHARDT, 2015).

Quanto ao parâmetro  $a^*$ , as amostras 5 e 10 apresentaram-se tendendo mais ao vermelho, enquanto as amostras 3, 4, 6, 7, 8, 9 e 11 tenderam mais para o verde. Leonhardt (2015) determinou na amostra comercial o valor de  $a^*$  de -2,47, sendo que apenas a amostra 10 assemelhou-se a essa resposta. Por sua vez, Estrela et al. (2017) obteve  $0,18 \pm 0,09$ , valor bem diferente dos encontrados nas amostras comerciais neste trabalho.

Em relação ao parâmetro  $b^*$ , a amostra 8 apresentou-se com a coloração amarela mais intensa enquanto a amostra 4 apresentou a coloração amarela menos intensa ( $p < 0,05$ ). Todas as amostras analisadas apresentaram valores inferiores ao determinado por Leonhardt (2015), que foi de 23,15, apenas a amostra 8 aproximou-se do valor determinado por Estrela et al. (2017), que foi de  $10,04 \pm 0,07$ .

Quanto ao diâmetro médio dos cristais de lactose, bem como a aparência dos mesmos, os resultados estão apresentados na Tabela 3 e Figura 3.

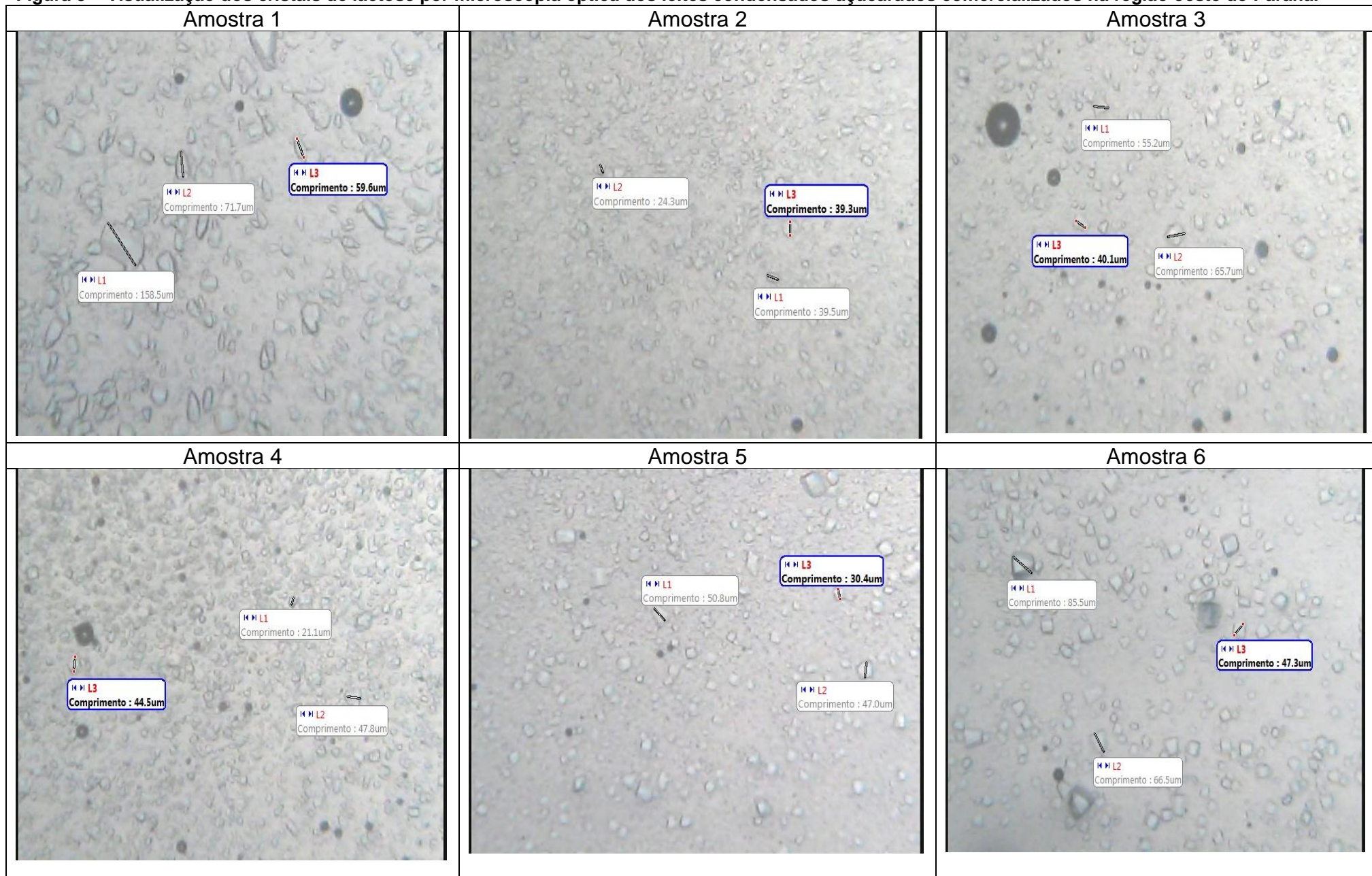
**Tabela 3 – Diâmetro médio dos cristais de lactose presentes nos leites condensados açucarados comercializados na região oeste do Paraná.**

Marcas	Maior medida ( $\mu\text{m}$ )	Menor medida ( $\mu\text{m}$ )	Média dos cristais ( $\mu\text{m}$ )
1	158,8	59,6	$87,12 \pm 40,62^a$
2	39,5	22,4	$30,48 \pm 8,30^b$
3	65,7	40,1	$52,40 \pm 9,35^{ab}$
4	47,8	21,1	$32,44 \pm 12,67^b$
5	50,8	30,4	$38,96 \pm 9,37^b$
6	61,7	30,0	$63,70 \pm 14,15^{ab}$
7	97,1	44,8	$70,02 \pm 22,55^{ab}$
8	46,6	37,6	$41,48 \pm 3,79^b$
9	53,8	36,4	$41,26 \pm 6,75^b$
10	140,3	45	$94,02 \pm 33,86^a$
11	85,5	66,5	$60,58 \pm 15,75^{ab}$

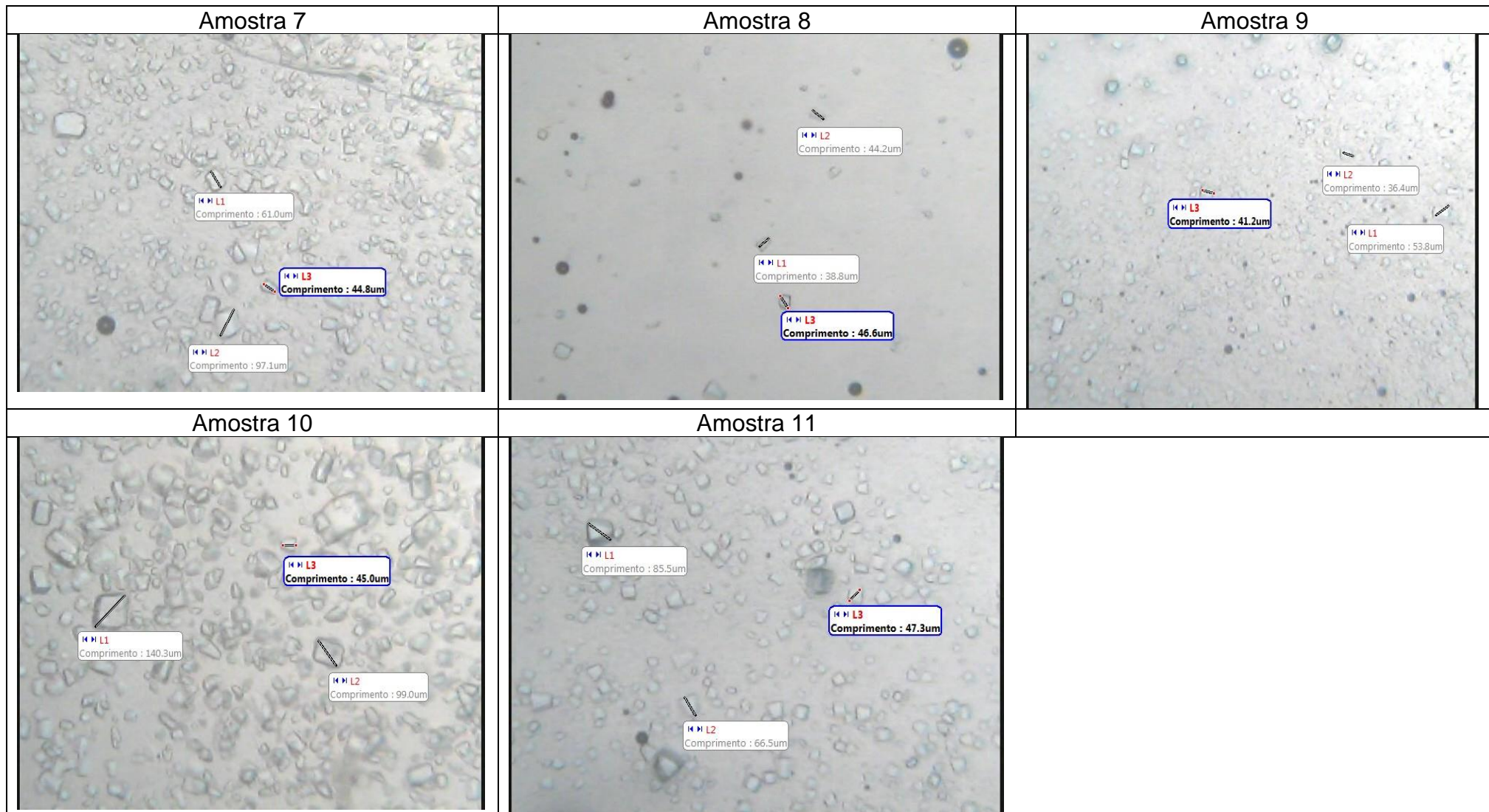
Nota: \*Amostras enumeradas de 1 a 11 referem-se às marcas de leite condensado açucarado analisadas. . \*\* Médias de cinco repetições  $\pm$  erro padrão seguidas pela mesma letra (na coluna) indicam não haver diferença significativa ao nível de 5% de probabilidade.

Fonte: Autoria própria.

Figura 3 – Visualização dos cristais de lactose por microscopia óptica dos leites condensados açucarados comercializados na região oeste do Paraná.







Nota: Amostras enumeradas de 01 a 11 referem-se às marcas de leite condensado açucarado analisadas.

Fonte: Autoria própria.

Através das imagens (Figura 3) e da Tabela 3 é possível perceber uma falta de uniformidade e diversidade do tamanho dos cristais nas amostras comerciais.

Segundo Holsinger (1997), para cristais produzirem uma textura arenosa, devem exceder ao tamanho de 16  $\mu\text{m}$ . Perrone et al. (2008) encontraram cristais com 14,6  $\mu\text{m}$  e em quantidade média de  $2,39 \times 10^8$ . Walstra (2001) considera que, para evitar a agregação e arenosidade os cristais não devem ultrapassar 10  $\mu\text{m}$ , e não conter mais de  $10^{10}$  cristais de lactose por grama de produto, valor também citado por Hunziker (1934) *apud* Mendes (2011) que afirma que, em leite condensado, os cristais não devem exceder 10 $\mu\text{m}$  e que, quando superam 30  $\mu\text{m}$ , tornam o produto arenoso.

Todas as marcas apresentaram cristais superiores aos mencionados pelos autores acima, portanto, passíveis de serem sensorialmente perceptíveis pelos consumidores.

Os resultados das análises microbiológicas das diferentes marcas de leite condensado açucarado comercializadas no estado do Paraná estão apresentados na Tabela 4.

Em relação a avaliação microbiológica, as amostras não apresentaram contagens para Coliformes Totais e Termotolerantes nem para *Staphylococcus* coagulase positiva, estando de acordo com os resultados obtidos por Asaduzzaman et al. (2007) e Sá et. al. (2008), respectivamente.

Apesar de não ter sido detectada a presença de bolores e leveduras nas amostras analisadas, Sá et al. (2008) e Reinhe et al. (2017) demonstraram grande variação entre as marcas quanto a enumeração destes microrganismos.

Dentre as amostras analisadas, as marcas 1, 3, 4, 8 e 9 apresentaram contagem para mesófilos. Segundo Landgraf (2008), mesmo que não haja patógenos, um número elevado de micro-organismos mesófilos pode indicar que o alimento não é seguro para consumo já que pode haver condição para patógenos se multiplicarem. A ocorrência de contagens elevadas pode ser um indicativo de deficiência nos procedimentos de higienização de equipamentos de envase e tanques de microcristalização (no caso de leite condensado) e sugere a necessidade de melhorias higiênico-sanitárias em todo o fluxograma de fabricação deste derivado lácteo (SÁ, 2012).



**Tabela 4 – Análises microbiológicas dos leites condensados açucarados comercializados na região Oeste do Paraná.**

Marca*	Coliformes termotolerantes (UFC.g <sup>-1</sup> )	Coliformes totais (UFC.g <sup>-1</sup> ).	Mesófilos aeróbios (UFC.g <sup>-1</sup> ).	Bolores e Leveduras (UFC.g <sup>-1</sup> ).	<i>Staphylococcus</i> .Coagulase positivo (UFC.g <sup>-1</sup> ).	<i>Salmonella</i> sp.. (UFC.25g <sup>-1</sup> ).	<i>Listeria monocytogenes</i> . (UFC.25g <sup>-1</sup> ).
<b>1</b>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	1,02x10 <sup>4</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	Ausência	Ausência
<b>2</b>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	Ausência	Ausência
<b>3</b>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	8,4x10 <sup>4</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	Ausência	Ausência
<b>4</b>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	1,4x10 <sup>3</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	Ausência	Ausência
<b>5</b>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	1x10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	Ausência	Ausência
<b>6</b>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	Ausência	Ausência
<b>7</b>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	2x10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	Ausência	Ausência
<b>8</b>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	1,93x10 <sup>4</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	Ausência	Ausência
<b>9</b>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	6,35x10 <sup>4</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	Ausência	Ausência
<b>10</b>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	1x10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	Ausência	Ausência
<b>11</b>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	Ausência	Ausência

Nota: \*Amostras enumeradas de 01 a 11 referem-se às marcas de leite condensado açucarado analisadas.

Fonte: Autoria própria.

## 5.2 CARACTERIZAÇÃO QUÍMICA, FÍSICO-QUÍMICA E MICROBIOLÓGICA DO LEITE E DO PERMEADO DO SORO DE LEITE MICRONIZADO

A composição química e as propriedades físico químicas do leite pasteurizado utilizados na elaboração dos leites condensados açucarados encontram-se na tabela 5.

**Tabela 5 – Propriedades físico-químicas do leite pasteurizado utilizados na produção do leite condensado**

<b>Análises</b>	<b>Resultados</b>	<b>Limites (BRASIL, 2017)</b>
Acidez (g ácido láctico.100mL <sup>-1</sup> )	0,15 ± 0,00	0,14 a 0,18
Gordura (%)	3,2 ± 0,10	Min 3,0
Proteína (%)	2,97 ± 0,05	Min 2,9
Densidade (g.L <sup>-1</sup> )	1030,2 ± 0,10	-
Sólidos não gordurosos (%)	8,5 ± 0,00	Min 8,4
Crioscopia (°H)	- 0,542 ± 0,00	-0,530 a -0,555

Nota: \*Médias das três formulações

Fonte: Autoria própria.

Os resultados para o leite pasteurizado apresentaram-se em conformidade com a legislação (BRASIL, 2017).

Os resultados da composição centesimal e propriedades físico químicas do permeado de soro em pó micronizado obtidos neste trabalho (Tabela 6) encontram-se similares aos determinados por Stoliar (2009) em relação ao teor de proteínas (3% à 8%) e de umidade (máximo 1,5%) ; porém, superior ao teor de lactose (68 à 85%).

**Tabela 6 – Composição centesimal e propriedades físico-químicas do permeado de soro em pó micronizado**

<b>Análises</b>	<b>Resultados</b>
Umidade (g.100g <sup>-1</sup> )	1,07
Acidez, em percentual de ácido láctico	1,25
Gordura (g.100g <sup>-1</sup> )	0,00
pH	6,46
Cinzas (g.100g <sup>-1</sup> )	5,28
Lactose (g.100g <sup>-1</sup> )	90,38
Proteína (g.100g <sup>-1</sup> )	3,27

Fonte: Autoria própria.

Por sua vez, ao comparar os resultados com os obtidos por Almeida et al. (2015), o teor de proteína foi superior (máximo 3%), porém os valores de acidez em ácido láctico, umidade e lactose foram similares.

Na tabela 7 estão especificados os resultados para as análises microbiológicas do permeado de soro em pó micronizado, demonstrando que o mesmo apresenta qualidade e segurança microbiológica para o emprego em produtos alimentícios.

**Tabela 7 – Resultados microbiológicos do permeado de soro em pó micronizado**

Análises	Resultados
Aeróbios mesófilos (UFC/g)	<10 <sup>1</sup>
Coliformes totais (UFC/g)	<10 <sup>1</sup>
Coliformes termotolerantes (UFC/g)	<10 <sup>1</sup>
Bolores e leveduras (UFC/g)	<10 <sup>1</sup>
<i>Salmonella</i> sp (UFC/25g)	Ausente/25g
<i>Listeria monocytogenes</i> (UFC/g)	Ausente/25g

Fonte: Autoria própria.

### 5.3 COMPOSIÇÃO CENTESIMAL E PROPRIEDADES FÍSICO-QUÍMICAS DOS LEITES CONDENSADOS PRODUZIDOS

Na Tabela 8 estão descritos os resultados referentes à composição centesimal e propriedades físico químicas dos diferentes tratamentos de leites condensados produzidos.

Os tratamentos não apresentaram diferença significativa para as análises de lipídios, acidez em ácido láctico, pH, ° Brix, umidade e cinzas ( $p > 0,05$ ).

O teor de lipídios dos tratamentos estão de acordo com o determinado pelo *Codex Alimentarius*, Brondi et al (2011) e Asaduzzaman et al. (2007). Comparando-se com a média dos leites condensados açucarados analisados no presente trabalho, apresentaram valores inferiores.

A acidez em ácido láctico determinada para os tratamentos foram inferiores as obtidas por Ferreira et al (2016), que variaram entre 0,20 a 0,56%; porém, estão dentro do preconizado pelo antigo RIISPOA que dispõe como faixa de acidez para este produto os valores entre 0,08 a 0,16 (cg %ácido láctico) (BRASIL, 1952).

**Tabela 8 – Composição centesimal e propriedades físico-químicas dos leites condensados açucardados elaborados.**

Tratamento*	Lipídios (%)	Acidez, em ácido láctico (%)	pH	Brix (°)	Umidade (%)	Proteína (%)	Cinzas (%)	Atividade de água
1	8,39±0,14 <sup>a**</sup>	0,12±0,67 <sup>a</sup>	6,26±0,02 <sup>a</sup>	69,20±0,04 <sup>a</sup>	29,09± 0,49 <sup>a</sup>	7,51±0,05 <sup>a</sup>	1,70±0,01 <sup>a</sup>	0,8567±0,01 <sup>a</sup>
2	8,32±0,14 <sup>a</sup>	0,12±0,53 <sup>a</sup>	6,25±0,02 <sup>a</sup>	69,24±0,07 <sup>a</sup>	29,11±0,57 <sup>a</sup>	7,46±0,10 <sup>ab</sup>	1,70±0,02 <sup>a</sup>	0,8572 ±0,02 <sup>a</sup>
3	8,36±0,12 <sup>a</sup>	0,12±0,60 <sup>a</sup>	6,26±0,02 <sup>a</sup>	69,26±0,05 <sup>a</sup>	28,63±0,10 <sup>a</sup>	7,40±0,05 <sup>b</sup>	1,70±0,01 <sup>a</sup>	0,8570±0,01 <sup>a</sup>
4	8,46±0,19 <sup>a</sup>	0,12±1,01 <sup>a</sup>	6,25±0,02 <sup>a</sup>	69,24±0,07 <sup>a</sup>	28,59±0,65 <sup>a</sup>	7,38±0,10 <sup>b</sup>	1,69±0,03 <sup>a</sup>	0,8573 ±0,01 <sup>a</sup>

Nota: \*Tratamento 1: 0,03% de lactose; Tratamento 2: 0,03% de permeado de soro em pó micronizado; Tratamento 3: 0,033% de permeado de soro em pó micronizado e Tratamento 4: sem indução da cristalização. Média seguidas pela mesma letra (nas colunas) não diferem significativamente entre si, pelo teste de Tukey, a 5% de probabilidade.

Fonte: A autoria própria.

O pH dos tratamentos foi de 6,25 e este resultado está de acordo com os obtidos por Ferreira et al. (2016), que ao analisarem 12 amostras de leite condensado açucarado de 3 marcas distintas encontraram valores de pH variando de 6,61 a 6,86; e de acordo com Brondi et al (2011), que ao analisarem quatro marcas de leite condensado açucarado e encontraram valores de pH variando de 6,26 a 6,28. As amostras comerciais apresentaram valores de pH variando de 6,89 a 7,24, valores bem superiores aos tratamentos.

Os valores referentes aos °Brix obtidos neste trabalho foram similares aos encontrados por Brondi et al (2011), que variaram entre 68,66 a 72,33° Brix, e por Reinhe et al. (2017) que encontraram o valor de 69,23° Brix.

Os valores de umidade dos tratamentos foram similares aos determinados por Dos Santos (2012), cujo teor variou entre 28,59 a 29,11% e Asaduzzaman et al. (2007), que obtiveram valores entre 26,85 a 30,02%. Porém, ligeiramente superior aos determinados por Brondi et al (2011), que permaneceram na faixa entre 18,33 a 23,24%, e Renhe et al (2017), que obtiveram valor médio de 27,41%. Os valores dos tratamentos apresentaram-se inferiores aos encontrados nos leites condensados açucarados comercializados na região Oeste do Paraná e analisados no presente trabalho.

Apesar de os tratamentos terem diferido entre si em relação ao teor de proteína, os valores encontrados estão de acordo com os relatados por Brondi et al (2011) e Asaduzzaman et al. (2007) que obtiveram valores na faixa de 7,43 a 10,36% e 6,51 a 7,96%, respectivamente. Os resultados encontrados apresentaram valores próximos à média dos leites condensados açucarados comerciais analisados neste trabalho.

Em relação ao teor de cinzas, os resultados obtidos no trabalho estão de acordo com os obtidos por Asaduzzaman et al (2007), que permaneceram na faixa de 1,50 a 1,83%; Brondi et al. (2011) e Shimoda et al. (2001), que apresentaram valores médios de 1,88 e 1,90%, respectivamente. Valores próximos dos encontrados nos leites condensados açucarados comercializados, que apresentaram variação de 1,16 a 1,78%. Por sua vez, inferior aos valores determinados por Ferreira et al (2016), que variaram entre 5,64 e 4,72%.

Os valores de atividade de água ficaram entre 0,8567 e 0,8573, próximos ao valor de 0,83 encontrado por Walstra et al. (2001), dentro da faixa estipulada por Jay (1994) que diz que o leite condensado possui atividade de água de 0,80 a 0,87 e

próximos aos resultados obtidos dos leites condensados açucarados comercializados que variaram de 0,8296 e 0,8718.

#### 5.4 ANÁLISES MICROBIOLÓGICAS DO LEITE CONDENSADO ELABORADO

Na Tabela abaixo (Tabela 9) estão descritos os resultados microbiológicos das análises de Aeróbios mesófilos, Coliformes totais, Coliformes termotolerantes, Bolores e leveduras, *Salmonella* sp, *Listeria monocytogenes* e *Staphylococcus* coagulase positiva nos tempos 1, 8, 23, 53, 83 e 113 dias dos leites condensados elaborados.

De acordo com a Tabela 9, todas as amostras encontram-se de acordo com a literatura quanto a qualidade microbiológica em todos os tempos avaliados, demonstrando a segurança destas para a análise sensorial. Esse resultado foi obtido devido ao fato de se ter um matéria-prima de qualidade, padrões de higiene durante o processo, aliado ao fato de que a alta pressão osmótica de leite condensado açucarado poder inibir o crescimento de a maioria dos microrganismos deteriorantes e fornecer longa vida útil sem refrigeração (SHIMODA et al, 2001).

#### 5.5 ANÁLISE SENSORIAL

Na Figura 4 encontram-se apresentados os resultados referentes a avaliação sensorial e intenção de compra para as diferentes tratamentos de leite condensado açucarado durante a vida útil (tempos 7, 15, 30, 60, 90 e 120 dias).

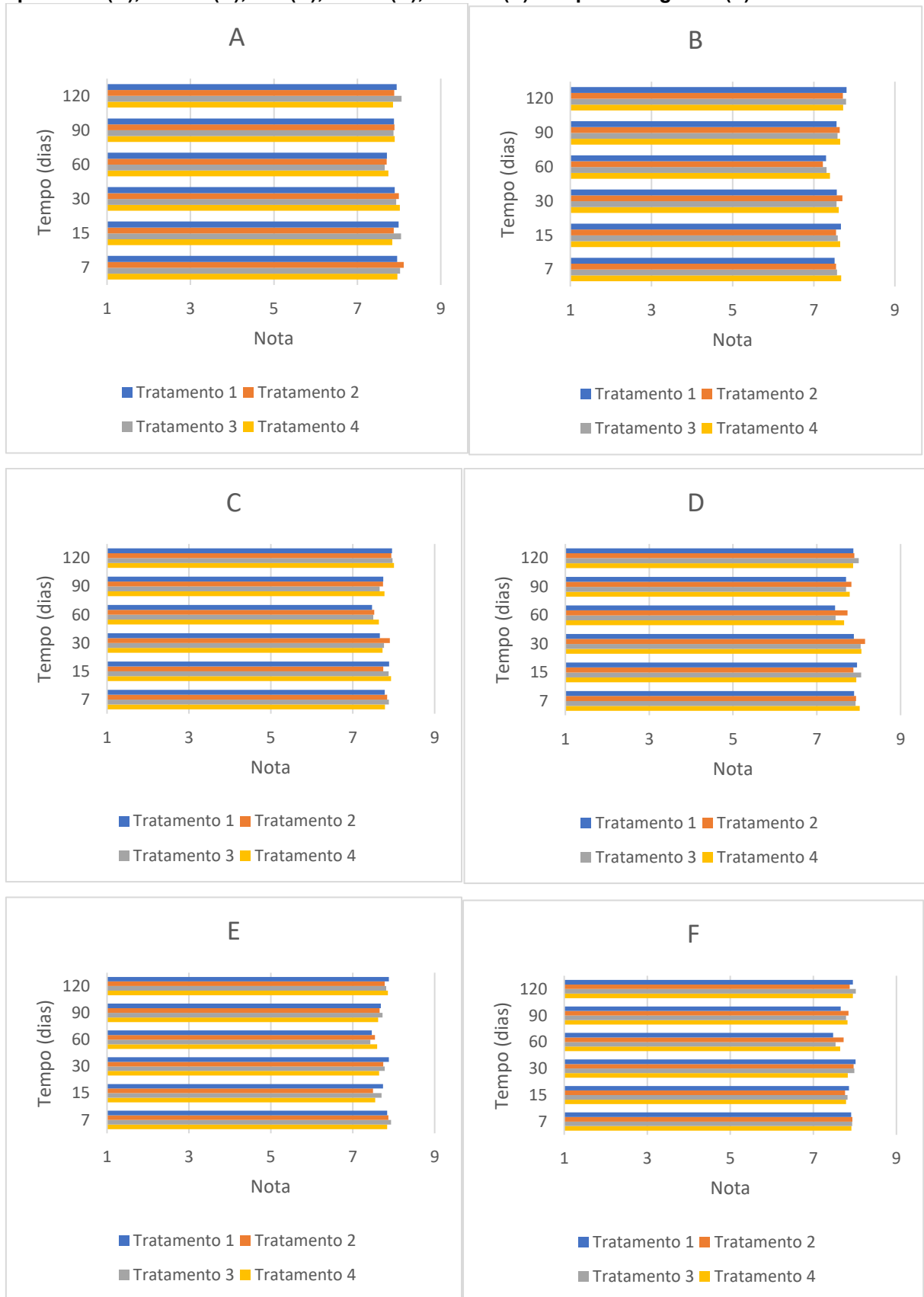
Tabela 9 – Análises microbiológicas deos leites condensados elaborados

TRATAMENTOS*/ ANÁLISES	1						2						3						4					
	1	7	23	53	83	113	1	7	23	53	83	113	1	7	23	53	83	113	1	7	23	53	83	113
<b>Aeróbios mesófilos (UFC.g<sup>-1</sup>)</b>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>
<b>Coliformes termotolerantes (UFC.g<sup>-1</sup>)</b>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>
<b>Coliformes totais (UFC.g<sup>-1</sup>)</b>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>
<b>Bolores e leveduras (UFC.g<sup>-1</sup>)</b>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>
<b><i>Staphylococcus</i> coagulase positiva (UFC.g<sup>-1</sup>)</b>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>	<10 <sup>1</sup>
<b><i>Salmonella</i> sp (UFC.25g<sup>-1</sup>)</b>	Aus. 25g	Aus. 25g	Aus. 25g	Aus. 25g	Aus. 25g	Aus. 25g	Aus. 25g	Aus. 25g	Aus. 25g	Aus. 25g	Aus. 25g	Aus. 25g	Aus. 25g	Aus. 25g	Aus. 25g	Aus. 25g	Aus. 25g	Aus. 25g	Aus. 25g	Aus. 25g	Aus. 25g	Aus. 25g	Aus. 25g	Aus. 25g
<b><i>Listeria</i> <i>monocytogenes</i> (UFC.25g<sup>-1</sup>)</b>	Aus. 25g	Aus. 25g	Aus. 25g	Aus. 25g	Aus. 25g	Aus. 25g	Aus. 25g	Aus. 25g	Aus. 25g	Aus. 25g	Aus. 25g	Aus. 25g	Aus. 25g	Aus. 25g	Aus. 25g	Aus. 25g	Aus. 25g	Aus. 25g	Aus. 25g	Aus. 25g	Aus. 25g	Aus. 25g	Aus. 25g	Aus. 25g

Nota: \*Tratamento 1: 0,03% de lactose; Tratamento 2: 0,03% de permeado de soro em pó micronizado; Tratamento 3: 0,033% de permeado de soro em pó micronizado e Tratamento 4: sem indução da cristalização.

Fonte: Autoria própria.

**Figura 4 - Análise sensorial nos tempos 7, 15, 30, 60, 90 e 120 dias em relação aos atributos aparência (A), aroma (B), cor (C), sabor (D), textura (E) e impressão global (F)**



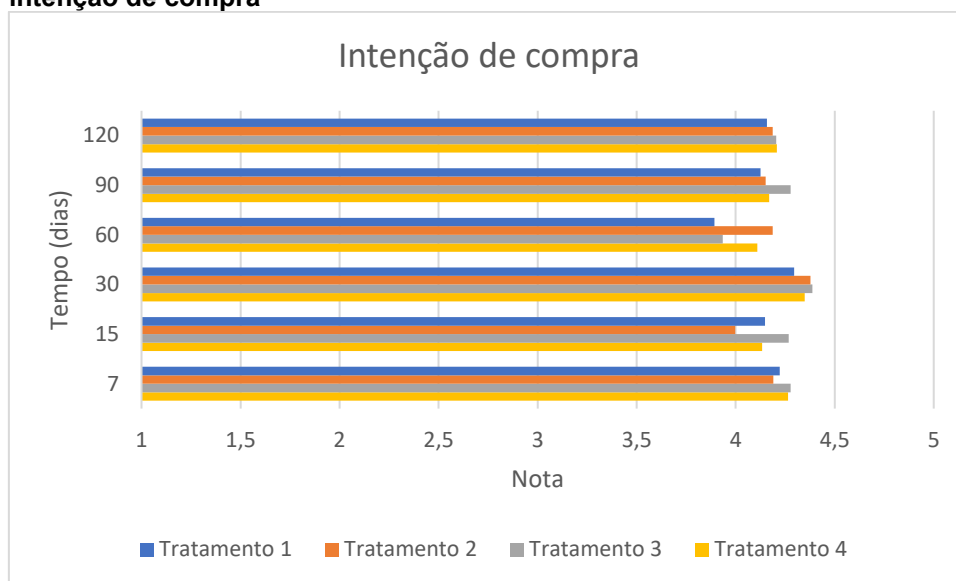


Nota: Tratamento 1: 0,03% de lactose; Tratamento 2: 0,03% de permeado de soro em pó micronizado; Tratamento 3: 0,033% de permeado de soro em pó micronizado e Tratamento 4: sem indução da cristalização.

Fonte: Autoria própria.

Na Figura 5 encontra-se o parâmetro intenção de compra que foi avaliado nos tempos 7, 15, 30, 60, 90 e 120 dias.

**Figura 5 - Análise sensorial nos tempos 7, 15, 30, 60, 90 e 120 dias em relação ao atributo intenção de compra**



Nota: Tratamento 1: 0,03% de lactose; Tratamento 2: 0,03% de permeado de soro em pó micronizado; Tratamento 3: 0,033% de permeado de soro em pó micronizado e Tratamento 4: sem indução da cristalização.

Fonte: Autoria própria.

Na maioria dos tempos os tratamentos não apresentaram diferença significativa em relação aos atributos avaliados ( $p > 0,05$ ), o tratamento 2 (com adição de 0,03% de permeado de soro em pó micronizado) apresentou melhores notas para os atributos sabor no 30º e 60º dia de armazenamento, impressão global e intenção de compra no 60º dia ( $p < 0,05$ ).

A aparência está baseada no aspecto visual do produto. No caso do leite condensado evita-se a formação de uma textura arenosa no produto devido à formação de grandes cristais. Os pequenos cristais de lactose são adicionados antes que ocorra a cristalização espontânea (primária), seguido pelos controles da temperatura e taxa de agitação, possibilitando manter o tamanho dos cristais em uma grandeza mínima. Como resultado, obtêm-se um produto com uma textura suave e homogênea (MUIR,

1990). Todos os tratamentos apresentaram média similar em relação ao tributo avaliado.

Em lácteos, além dos aromas derivados do próprio leite, produtos fabricados a partir dele, ou seja, os derivados têm sabores característicos do seu método de fabricação. Os processos de calor utilizados no processamento de produtos lácteos são geralmente para pasteurização ou remoção de água. Esta aplicação de calor inicia a reação de Maillard, que gera compostos de sabor adicional ou compostos que possam reagir quando o alimento for cozido causando alterações sensoriais (LEONHARDT, 2015). Os tratamentos não diferiram entre si e em relação ao tempo de armazenamento ( $p > 0,05$ ),

A cor do leite condensado é levemente amarelada, porém durante a estocagem pode ocorrer a reação de Maillard. Os produtos da reação de Maillard podem influenciar muitos atributos na qualidade dos alimentos, tais como cor, aroma e sabor. Sob determinadas condições, os açúcares redutores produzem pigmentos marrons que são desejáveis e importantes em alguns alimentos. Outras vezes, pigmentos marrons produzidos sob aquecimento ou durante longo tempo de armazenamento de alimentos que contêm açúcares redutores, são indesejáveis (LEONHARDT, 2015). A cor dos leites condensados não apresentaram diferença significativa ao nível de 5% de probabilidade pelo teste de Tukey, sendo que os parâmetros L,  $a^*$  e  $b^*$  também não apresentaram grandes alterações. A cor do leite condensado é levemente amarelada.

O sabor do leite condensado é influenciado principalmente por uma nota láctea do leite e pelo dulçor da sacarose adicionada. A lactose possui sabor doce fraco e baixo poder adoçante (KOBLOITZ, 2011), portanto sua adição como agente de cristalização não causa alterações no sabor. O sabor é influenciado pelos efeitos táteis, térmicos, dolorosos e/ou sinestésicos, e essa inter-relação de características é o que diferencia um alimento do outro (TEIXEIRA, 2009). O tratamento 2 (com adição de 0,03% de permeado de soro em pó micronizado) apresentou melhores notas para os atributos sabor no 30<sup>o</sup> e 60<sup>o</sup> dia de armazenamento

Apesar de os tratamentos apresentarem cristais maiores do que os citados na literaturas para desenvolvimento de uma textura arenosa, a alta viscosidade pode ter mascarado essa percepção. Com o progresso da cristalização, a presença de cristais contribui para um aumento na viscosidade global do produto (GOULARD; HARTEL, 2017).

O leite condensado possui uma consistência semilíquida, cor levemente amarelada, sabor fresco e puro (GALINA, 2010). O leite condensado deve apresentar um fluxo contínuo de escoamento, mas deve ser consistente o suficiente para evitar a decantação da lactose e a separação da gordura durante a estocagem. Quando o aumento de viscosidade chega ao estágio de gelatinização, o produto não é mais considerado adequado para muitos usos. A deterioração no sabor algumas vezes acompanha as mudanças na viscosidade (RENHE et al., 2011). O parâmetro textura não apresentou diferença significativa, mesmo com os tratamentos contendo viscosidades diferentes.

A textura se manifesta quando o alimento sofre uma deformação (quando é mordido, prensado, cortado, etc), e é através dessa interferência na integridade do alimento que se pode ter noção da resistência, coesividade, fibrosidade, granulabilidade, aspereza, crocância, entre outras (TEIXEIRA, 2009).

A impressão global é entendida pelo conjunto relativo à primeira impressão causada pelo produto como um todo e está relacionada ao conjunto de todos os requisitos: aparência, aroma, cor, sabor, textura.

Em relação ao parâmetro intenção de compra, o tratamento 2 apresentou melhor aceitação no 60º dia ( $p < 0,05$ ).

Gaspardi et al. (2015) verificou se existe diferença sensorial (ao nível de 5% de significância) quanto à aceitação de 6 amostras de leite condensado comerciais. Uma vez que todas as amostras de leite condensado foram elaboradas com os mesmos ingredientes, supõem-se que as diferenças sensoriais podem se dar devido a qualidade da matéria prima e ao processo de fabricação que cada empresa utiliza.

Problemas sensoriais no leite condensado estão relacionados à qualidade do leite, intensidade do tratamento térmico, contaminação microbológica e cristalização insuficiente de lactose (RENHE et al, 2017).

## 5.6 RESULTADOS DA ANÁLISE DE COR

Na Tabela 10 está descrito a avaliação dos parâmetros de cor L,  $a^*$  e  $b^*$  variáveis de acordo com os tempos (7, 15, 30, 60, 90 e 120 dias) dos 4 tratamentos do leite condensado.

**Tabela 10 - Avaliação dos parâmetros de cor L, a\* e b\* variáveis de acordo com os tempos (7, 15, 30, 60, 90 e 120 dias) dos 4 tratamentos do leite condensado**

Tratamentos*	1			2			3			4		
Tempos	L	a*	b*	L	a*	b*	L	a*	b*	L	a*	b*
<b>7 dias</b>	67,03±0,76 <sup>b</sup>	-10,64±0,39 <sup>d</sup>	19,31±0,19 <sup>bc</sup>	63,88±1,47 <sup>b</sup>	-9,96±0,23 <sup>c</sup>	18,69±0,46 <sup>c</sup>	65,83±1,26 <sup>b</sup>	-10,31±0,31 <sup>d</sup>	19,14±0,45 <sup>ac</sup>	64,65±0,83 <sup>c</sup>	-10,25±0,84 <sup>c</sup>	18,65±0,90 <sup>c</sup>
<b>15 dias</b>	65,51±1,04 <sup>c</sup>	-9,83±0,11 <sup>c</sup>	18,91±0,45 <sup>c</sup>	66,56±1,08 <sup>a</sup>	-10,32±0,15 <sup>c</sup>	19,69±0,39 <sup>ab</sup>	65,82±0,94 <sup>b</sup>	-9,69±0,19 <sup>c</sup>	18,62±0,30 <sup>c</sup>	67,16±0,65 <sup>ab</sup>	-9,84±0,48 <sup>c</sup>	18,72±0,81 <sup>c</sup>
<b>30 dias</b>	68,82±0,85 <sup>a</sup>	-10,94±0,40 <sup>d</sup>	19,94±0,38 <sup>a</sup>	65,02±0,66 <sup>b</sup>	-10,90±0,65 <sup>d</sup>	20,14±0,71 <sup>a</sup>	67,83±1,23 <sup>a</sup>	-10,74±0,39 <sup>e</sup>	20,03±0,40 <sup>a</sup>	69,45±0,67 <sup>a</sup>	-10,99±0,32 <sup>d</sup>	20,23±0,31 <sup>a</sup>
<b>60 dias</b>	66,93±0,57 <sup>b</sup>	-10,08±0,27 <sup>c</sup>	19,38±0,39 <sup>b</sup>	66,67±1,56 <sup>a</sup>	-10,06±0,28 <sup>c</sup>	19,61±0,50 <sup>ab</sup>	66,29±1,14 <sup>b</sup>	-10,04±0,13 <sup>de</sup>	19,51±0,58 <sup>ab</sup>	66,10±0,96 <sup>bc</sup>	-10,06±0,34 <sup>c</sup>	19,36±0,20 <sup>bc</sup>
<b>90 dias</b>	64,27±0,41 <sup>c</sup>	-8,30±0,30 <sup>b</sup>	19,45±0,33 <sup>b</sup>	64,46±0,22 <sup>b</sup>	-8,32±0,19 <sup>b</sup>	19,41±0,21 <sup>b</sup>	63,90±0,30 <sup>c</sup>	-8,11±0,34 <sup>b</sup>	19,55±0,38 <sup>ab</sup>	62,23±0,13 <sup>e</sup>	-8,13±0,17 <sup>b</sup>	20,10±0,24 <sup>ab</sup>
<b>120 dias</b>	61,66±0,41 <sup>d</sup>	-7,38±0,23 <sup>a</sup>	19,38±0,19 <sup>bc</sup>	62,13±0,35 <sup>c</sup>	-7,23±0,19 <sup>a</sup>	19,33±0,21 <sup>b</sup>	62,40±0,29 <sup>d</sup>	-7,17±0,20 <sup>a</sup>	19,58±0,12 <sup>ab</sup>	60,07±0,42 <sup>e</sup>	-7,32±0,17 <sup>a</sup>	19,77±0,14 <sup>ab</sup>

Nota: \*Tratamento 1: 0,03% de lactose; Tratamento 2: 0,03% de permeado de soro em pó micronizado; Tratamento 3: 0,033% de permeado de soro em pó micronizado; Tratamento 4: sem adição de lactose/permeado. Média seguidas pela mesma letra (nas colunas) não diferem significativamente entre si, pelo teste de Tukey, a 5% de probabilidade.

Fonte: Autoria própria.

Os produtos lácteos são susceptíveis à reação de Maillard, devido ao seu alto conteúdo de carboidratos redutores e proteínas ricas em lisina (NARANJO et al, 2013). A reação de Maillard é influenciada por muitos fatores, incluindo temperatura, tempo, pH inicial, atividade de água ( $a_w$ ), estado físico da matriz, concentração de reagente e tipo de carboidrato envolvido (LABUZA; BAISIER, 1992; PATEL et al 1996).

A diminuição no valor  $L^*$  representa uma redução da luminosidade (FAN et al, 2018) e este comportamento foi verificado para todos os tratamentos no decorrer da vida útil, atingindo os menores valores ao final do armazenamento. No entanto, esta redução não foi linear, apresentando um aumento no valor de  $L$  no 30º dia para os tratamentos 1, 3 e 4, cuja a média foi superior ao apresentado por Estrela et al. (2017), que no 30º dia de armazenamento obteve um valor de  $L^*$  de 44,14. Os valores também foram muito distintos dos encontrados nos tratamentos e nas amostras comerciais. Essa redução no valor de  $L$  pode ter acontecido pelo fato de que, mesmo durante o armazenamento, a Reação de Maillard continua (AL-SAADI; DEETH, 2008). e resulta na produção de melanoidinas que contribuem para o escurecimento do produto e, por conseguinte, com a redução da luminosidade.

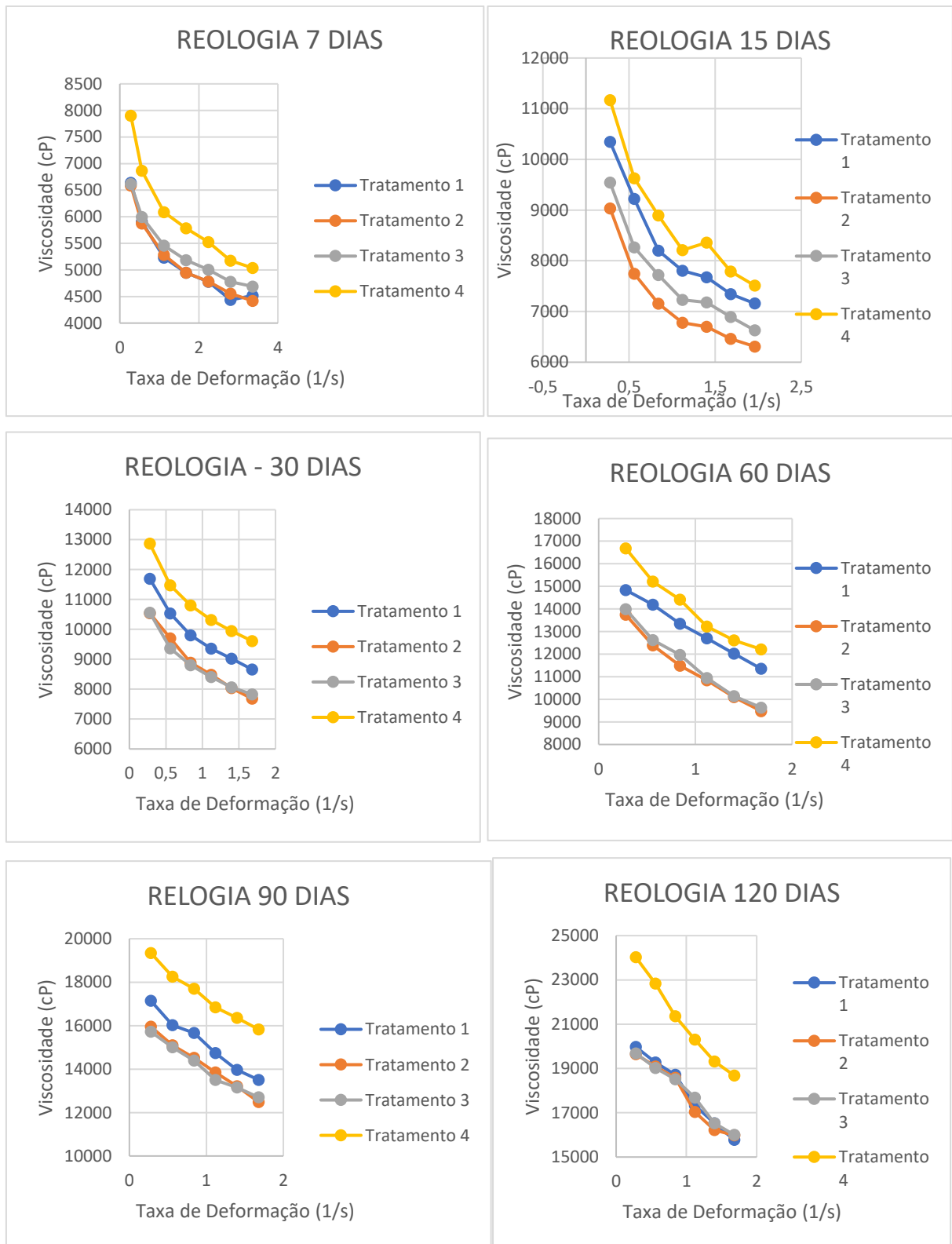
Em relação ao parâmetro  $a^*$ , houve uma redução deste ao comparar o tempo inicial e final de análise, ou seja, as amostras tenderam para uma coloração verde. Este mesmo comportamento não foi observado por Estrela (2017). Leonhardt (2015) determinou na amostra comercial o valor de  $a^*$  de -2,47, valor acima dos encontrados nos tratamentos. Os valores encontrados apresentaram-se, em sua maioria, inferiores aos valores encontrados nas amostras comerciais analisadas no presente trabalho.

Durante a estocagem, o valor de  $b^*$  apresentou variação significativa entre os tempos analisados ( $p < 0,05$ ), não demonstrando um padrão fixo de aumento e/ ou redução, similar ao apresentado por Estrela (2017). Apresentaram-se bem próximos aos valores das amostras comerciais analisadas no presente trabalho.

## 5.7 COMPORTAMENTO REOLÓGICO DOS LEITES CONDENSADOS

A Figura 6 apresenta os gráficos referentes ao comportamento reológico dos 4 tratamentos de leite condensado elaborados.

**Figura 6 – Comportamento reológico dos diferentes tratamentos elaborados nos tempos 7, 15, 30, 60, 90 e 120 dias de armazenamento à temperatura ambiente**



Nota: Tratamento 1: 0,03% de lactose; Tratamento 2: 0,03% de permeado de soro em pó micronizado; Tratamento 3: 0,033% de permeado de soro em pó micronizado; Tratamento 4: sem adição de lactose/permeado

Fonte: Autoria própria.

O leite condensado deve ser suficientemente viscoso para dar ao leite uma consistência cremosa e lisa; porém, o produto não pode ser tão espesso que não escorra facilmente. Naturalmente, ocorre no produto envasado um aumento gradual da viscosidade aparente, podendo, dependendo das condições, atingir uma consistência parecida com um gel, comprometendo a saída do produto da embalagem. O leite condensado deve apresentar um fluxo contínuo de escoamento, mas deve ser consistente o suficiente para evitar a decantação da lactose e a separação da gordura durante a estocagem. Quando o aumento de viscosidade chega ao estágio de gelatinização, o produto não é mais considerado adequado para muitos usos. A deterioração no sabor algumas vezes acompanha as mudanças na viscosidade (RENHE et al., 2011).

Ao observar os gráficos na Figura 6, é possível verificar para todos os tratamentos um decréscimo da viscosidade aparente com o aumento da taxa de deformação, indicando um comportamento pseudoplástico, resultado este que está de acordo com os relatados por Felberg (1994), Flauzino (2007) e encontrados nas amostras comerciais analisadas neste trabalho. O comportamento pseudoplástico pode ser explicado da seguinte maneira: "À medida que a taxa de cisalhamento é aumentada, as moléculas dispersas assimétricas tendem a se alinhar com os planos de cisalhamento, de modo que a resistência ao atrito é reduzida "(TUNG,1978 *apud* VELEZ-RUIZ; BARBOSA-CANOVAS, 2000).

Apesar de nos tempos 15, 30, 60 e 90 dias o tratamento 01 ter apresentado viscosidade relativamente superior aos tratamentos 02 e 03, ao término do período de armazenamento os valores foram similares.

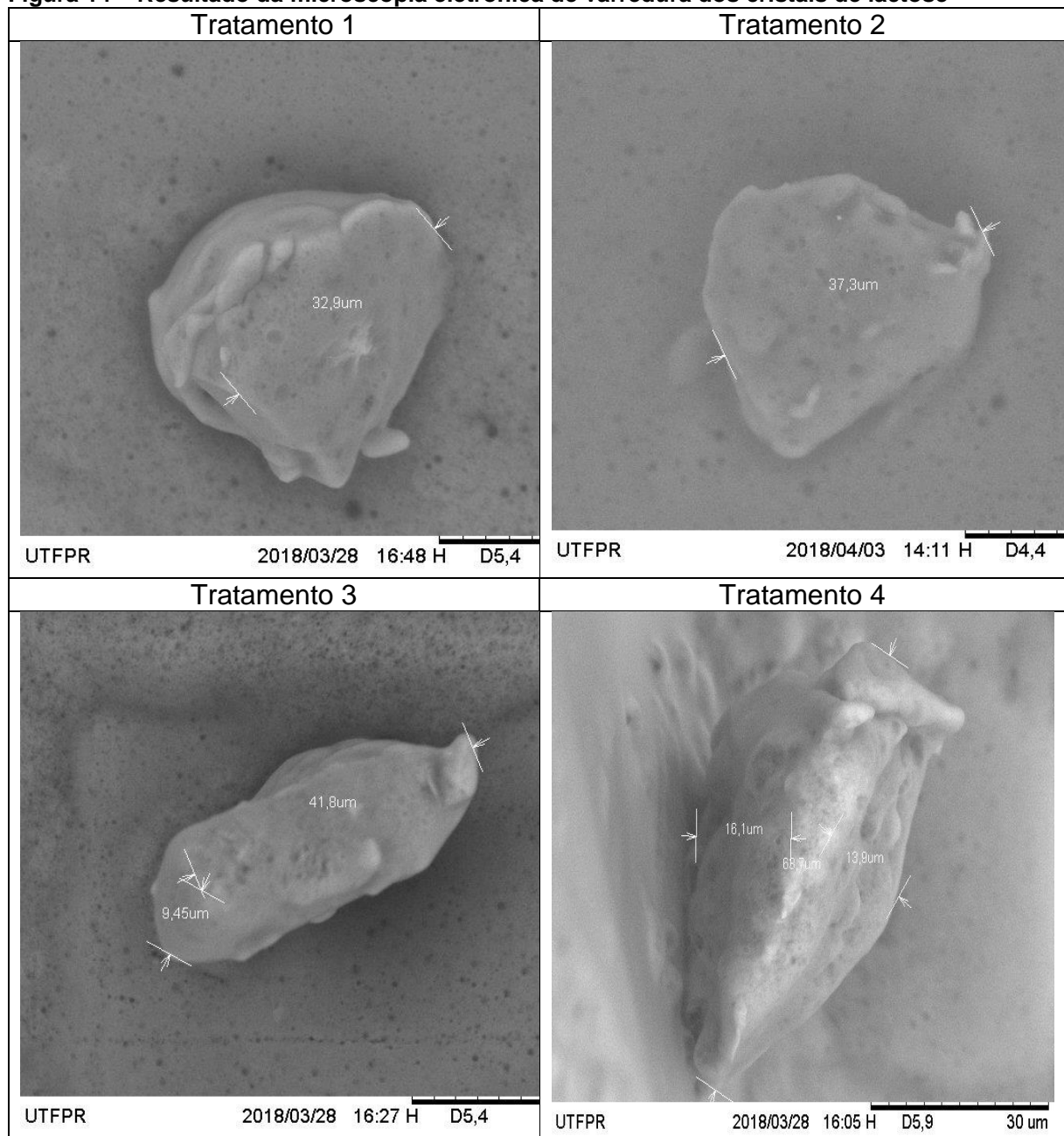
O tratamento 4 foi o que apresentou maior viscosidade, o que pode ser atribuído ao tamanho dos cristais de lactose, que foram superiores aos cristais dos outros tratamentos. Com o progresso da cristalização, a presença de cristais contribui para um aumento na viscosidade global da pasta (GOULARD; HARTEL, 2017).

## 5.8 MICROSCOPIA ÓPTICA E MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA DOS CRISTAIS DE LACTOSE DOS LEITES CONDENSADOS PRODUZIDOS

Nas Figuras abaixo estão apresentados os resultados da microscopia óptica dos cristais de lactose dos leites condensados produzidos nos tempos 1, 7, 15, 30, 60, 90 e 120 dias.

No tempo 120 dias os leites condensados foram submetidos à análise do tamanho e forma dos cristais de lactose na microscopia eletrônica de varredura.

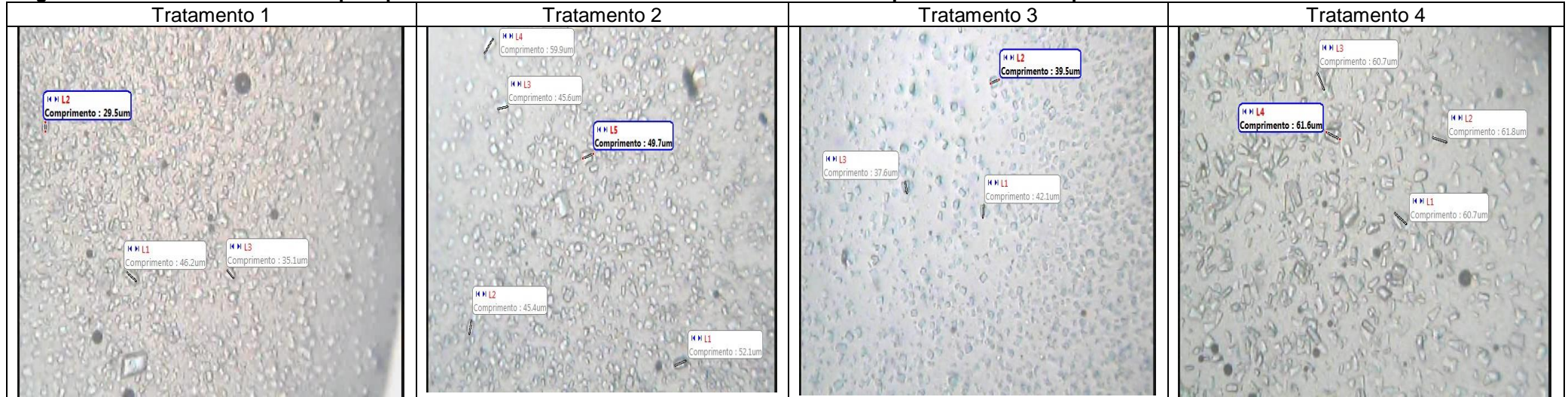
**Figura 14 – Resultado da microscopia eletrônica de varredura dos cristais de lactose**



Nota: Amostras enumeradas de 1 a 4 referem-se aos tratamentos sendo que: Tratamento 1 – 0,03% de lactose; Tratamento 2 – 0,03% de permeado de soro em pó micronizado; Tratamento 3 – 0,033% de permeado de soro em pó micronizado; Tratamento 4 – sem indução da cristalização  
 Fonte: Autoria própria.

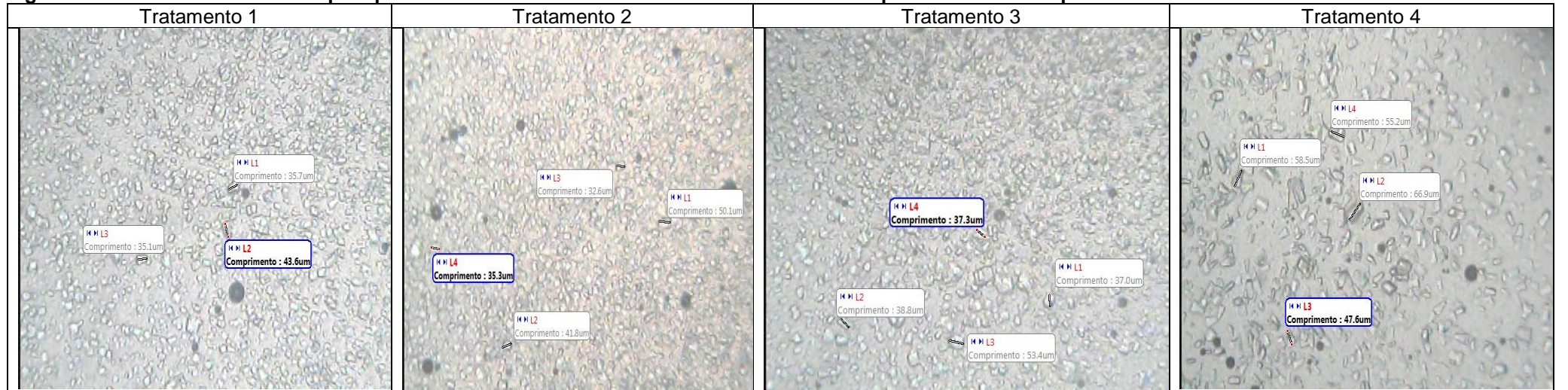


**Figura 7 – Resultado da microscopia óptica dos cristais de lactose dos leites condensados produzidos no tempo 1 dia**



Nota: Amostras enumeradas de 1 a 4 referem-se aos tratamentos sendo que: Tratamento 1 – 0,03% de lactose; Tratamento 2 – 0,03% de permeado de soro em pó micronizado; Tratamento 3 – 0,033% de permeado de soro em pó micronizado; Tratamento 4 – sem indução da cristalização  
 Fonte: Autoria própria.

**Figura 8 – Resultado da microscopia óptica dos cristais de lactose dos leites condensados produzidos no tempo 7 dias**

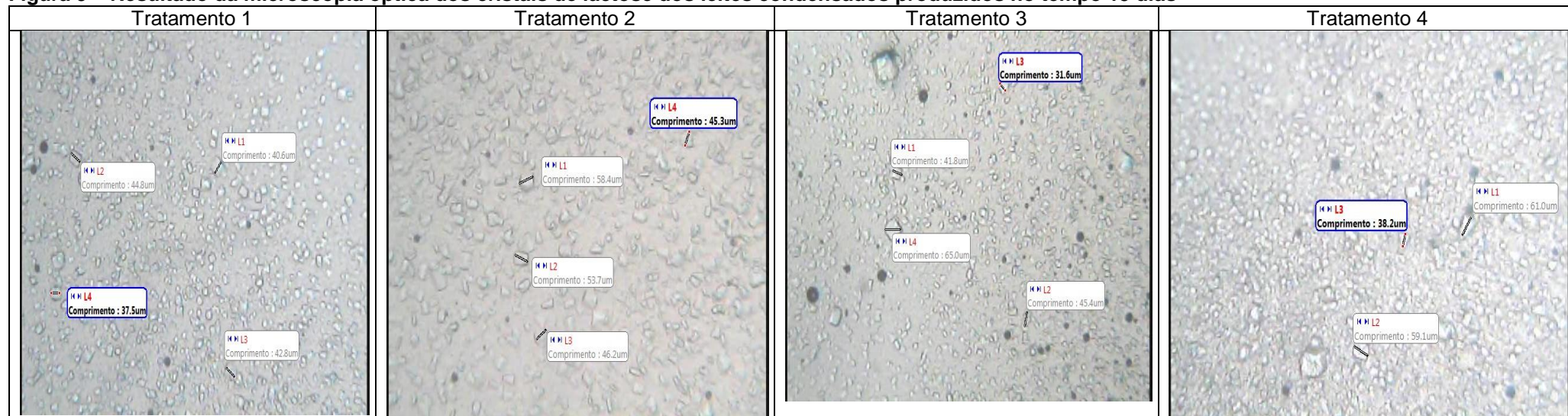




Nota: Amostras enumeradas de 1 a 4 referem-se aos tratamentos sendo que: Tratamento 1 – 0,03% de lactose; Tratamento 2 – 0,03% de permeado de soro em pó micronizado; Tratamento 3 – 0,033% de permeado de soro em pó micronizado; Tratamento 4 – sem indução da cristalização

Fonte: Autoria própria.

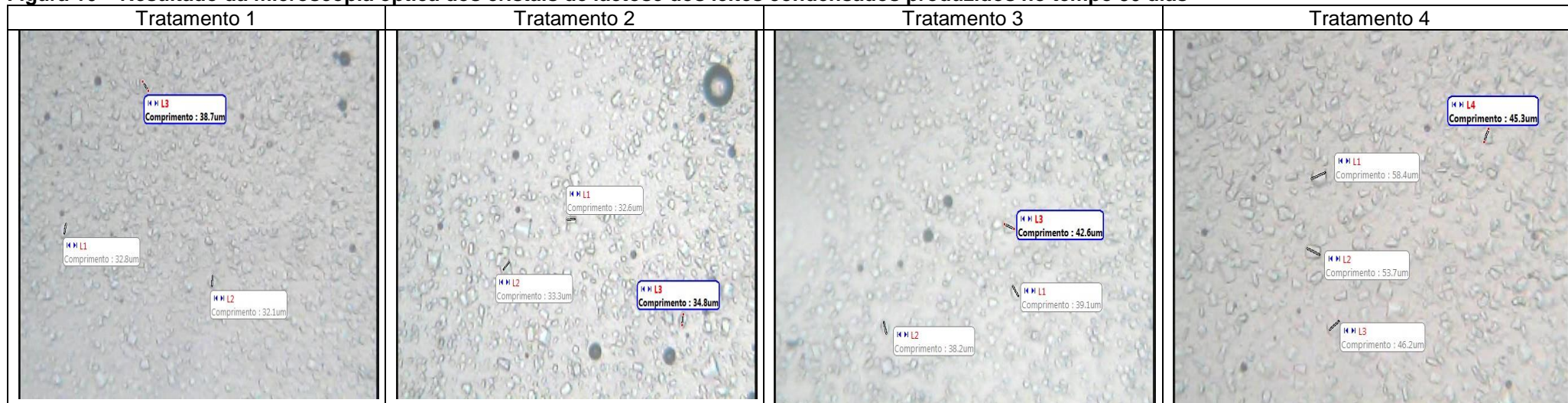
**Figura 9 – Resultado da microscopia óptica dos cristais de lactose dos leites condensados produzidos no tempo 15 dias**



Nota: Amostras enumeradas de 1 a 4 referem-se aos tratamentos sendo que: Tratamento 1 – 0,03% de lactose; Tratamento 2 – 0,03% de permeado de soro em pó micronizado; Tratamento 3 – 0,033% de permeado de soro em pó micronizado; Tratamento 4 – sem indução da cristalização

Fonte: Autoria própria.

**Figura 10 – Resultado da microscopia óptica dos cristais de lactose dos leites condensados produzidos no tempo 30 dias**

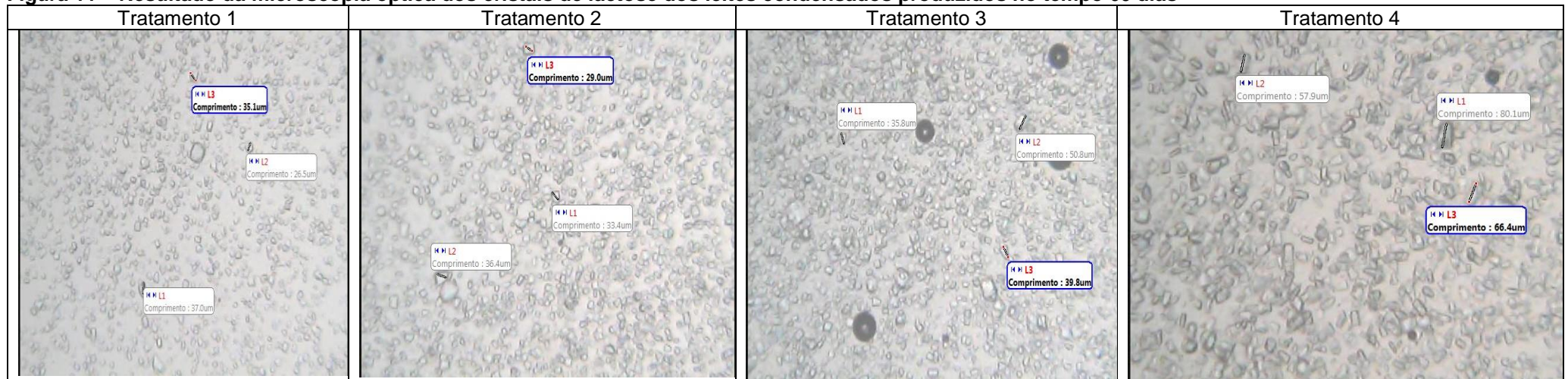


Nota: Amostras enumeradas de 1 a 4 referem-se aos tratamentos sendo que: Tratamento 1 – 0,03% de lactose; Tratamento 2 – 0,03% de permeado de soro em pó micronizado; Tratamento 3 – 0,033% de permeado de soro em pó micronizado; Tratamento 4 – sem indução da cristalização

Fonte: Autoria própria.



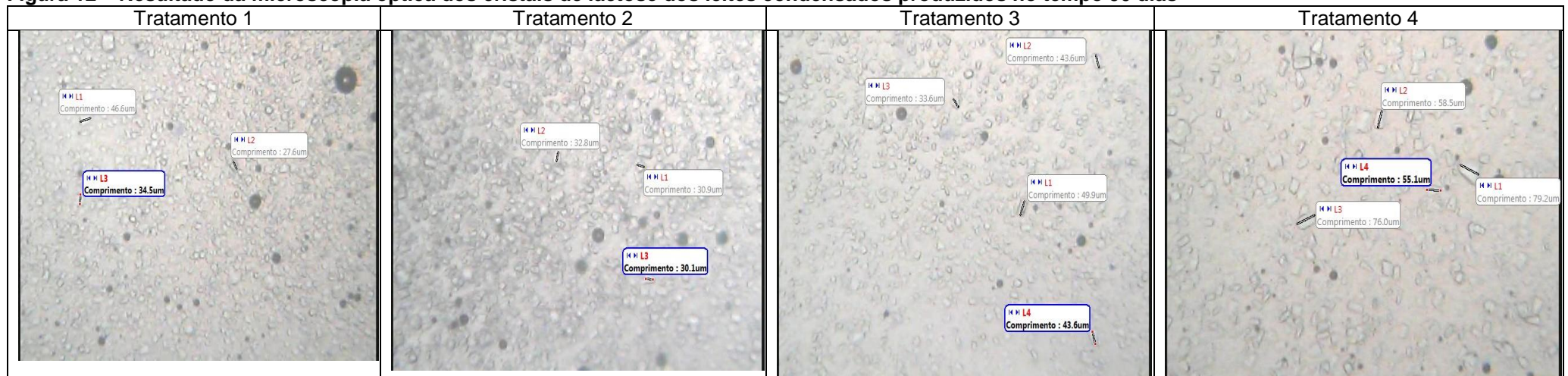
**Figura 11 – Resultado da microscopia óptica dos cristais de lactose dos leites condensados produzidos no tempo 60 dias**



Nota: Amostras enumeradas de 1 a 4 referem-se aos tratamentos sendo que: Tratamento 1 – 0,03% de lactose; Tratamento 2 – 0,03% de permeado de soro em pó micronizado; Tratamento 3 – 0,033% de permeado de soro em pó micronizado; Tratamento 4 – sem indução da cristalização

Fonte: Autoria própria.

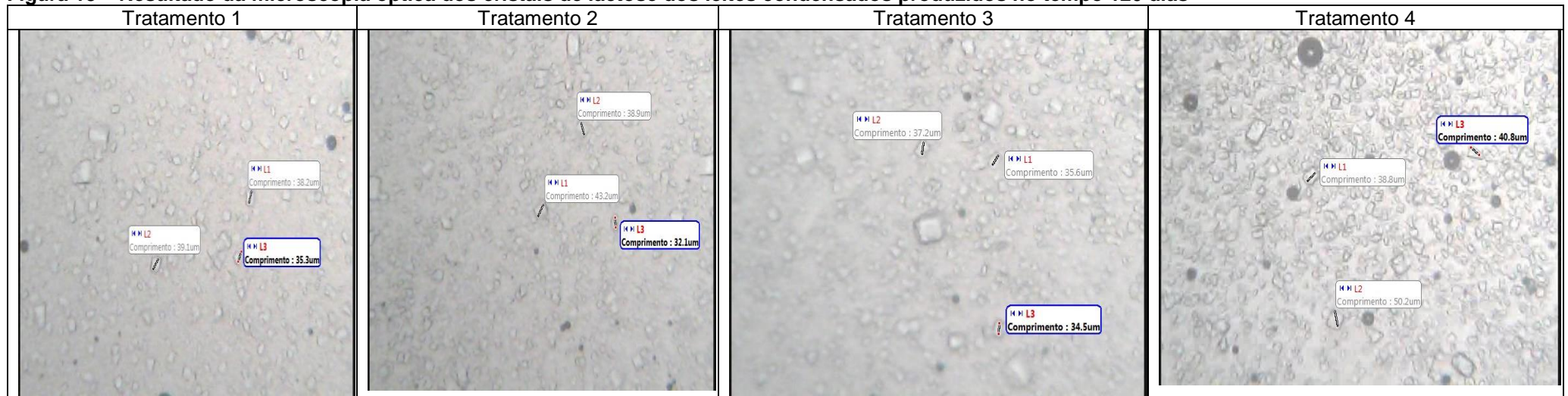
**Figura 12 – Resultado da microscopia óptica dos cristais de lactose dos leites condensados produzidos no tempo 90 dias**



Nota: Amostras enumeradas de 1 a 4 referem-se aos tratamentos sendo que: Tratamento 1 – 0,03% de lactose; Tratamento 2 – 0,03% de permeado de soro em pó micronizado; Tratamento 3 – 0,033% de permeado de soro em pó micronizado; Tratamento 4 – sem indução da cristalização

Fonte: Autoria própria.

**Figura 13 – Resultado da microscopia óptica dos cristais de lactose dos leites condensados produzidos no tempo 120 dias**



Nota: Amostras enumeradas de 1 a 4 referem-se aos tratamentos sendo que: Tratamento 1 – 0,03% de lactose; Tratamento 2 – 0,03% de permeado de soro em pó micronizado; Tratamento 3 – 0,033% de permeado de soro em pó micronizado; Tratamento 4 – sem indução da cristalização

Fonte: Autoria própria.

Na Tabela 11 estão descritos os tamanhos médios dos cristais analisados por microscopia óptica nos tempos 1, 7, 15, 30, 60, 90 e 120 dias.

**Tabela 11 – Média dos cristais durante a vida útil**

Tempo	Tratamento 1	Tratamento 2	Tratamento 3	Tratamento 4
<b>1 dia</b>	35,48 ± 6,50 <sup>c</sup>	50,54 ± 5,95 <sup>b</sup>	40,08 ± 1,72 <sup>c</sup>	61,50 ± 0,84 <sup>a</sup>
<b>7 dias</b>	38,84 ± 3,49 <sup>b</sup>	39,72 ± 6,77 <sup>b</sup>	41,70 ± 6,83 <sup>b</sup>	56,10 ± 7,24 <sup>a</sup>
<b>15 dias</b>	41,40 ± 2,71 <sup>a</sup>	50,64 ± 5,45 <sup>a</sup>	47,00 ± 12,33 <sup>a</sup>	51,98 ± 9,56 <sup>a</sup>
<b>30 dias</b>	35,16 ± 2,74 <sup>bc</sup>	33,56 ± 0,88 <sup>c</sup>	40,56 ± 2,07 <sup>b</sup>	51,14 ± 5,45 <sup>a</sup>
<b>60 dias</b>	33,34 ± 4,29 <sup>b</sup>	32,98 ± 3,11 <sup>b</sup>	43,58 ± 6,33 <sup>b</sup>	67,60 ± 8,54 <sup>a</sup>
<b>90 dias</b>	36,98 ± 6,91 <sup>b</sup>	31,32 ± 1,50 <sup>b</sup>	43,48 ± 6,11 <sup>b</sup>	66,30 ± 10,68 <sup>a</sup>
<b>120 dias</b>	37,94 ± 1,60 <sup>b</sup>	37,76 ± 4,84 <sup>b</sup>	36,12 ± 1,12 <sup>b</sup>	44,52 ± 5,04 <sup>a</sup>
<b>Média</b>	<b>37,02 ± 4,03</b>	<b>39,50 ± 4,07</b>	<b>41,79 ± 5,22</b>	<b>57,02 ± 6,76</b>

Nota: Amostras enumeradas de 1 a 4 referem-se aos tratamentos sendo que: Tratamento 1 – 0,03% de lactose; Tratamento 2 – 0,03% de permeado de soro em pó micronizado; Tratamento 3 – 0,033% de permeado de soro em pó micronizado; Tratamento 4 – sem indução da cristalização. . \*\* Médias de três repetições ± erro padrão seguidas pela mesma letra (na linha) indicam não haver diferença significativa ao nível de 5% de probabilidade.

Fonte: Autoria própria.

Consegue-se perceber através das figuras que durante a estocagem houve uma variação no tamanho dos cristais e desde o início os mesmos já apresentavam tamanho superior ao indicado por Holsinger (1997), Perrone et al. (2008), Walstra (2001) e Mendes (2011).

Segundo Holsinger (1997), para cristais produzirem uma textura arenosa, devem exceder ao tamanho de 16 µm. Perrone et al. (2008) encontraram cristais com 14,6. Walstra (2001) considera que, para evitar a agregação e arenosidade os cristais não devem ultrapassar 10 µm, valor também citado por Hunziker (1934) *apud* Mendes (2011) que afirma que, em leite condensado, os cristais não devem exceder 10µm e que, quando superam 30 µm, tornam o produto arenoso.

Na Tabela 11 é possível observar os dados das medições realizadas. O tratamento que utilizou a lactose industrial micronizada obteve o menor tamanho de cristais no produto final, que se mantiveram ao longo dos 120 dias de estudo, apresentando características uniformes.

Quando se compara as médias do tamanho dos cristais obtidos, os tratamentos com adição do permeado de soro em pó micronizado apresentaram-se com tamanhos bem semelhantes ao tratamento controle.

Os cristais de lactose do tratamento com adição de 0,03% de lactose em pó micronizada (controle) observado no microscópio eletrônico de varredura com lente objetiva de 2000x apresentou-se com formato circular e com diâmetro de 32,9  $\mu\text{m}$ . O cristal de lactose do tratamento com adição de 0,03% de permeado de soro em pó micronizado observado no microscópio eletrônico de varredura com lente objetiva de 2000x apresentou-se formato indefinido com comprimento de 37,3  $\mu\text{m}$ . O tratamento com adição de 0,033% de permeado de soro em pó micronizado observado no microscópio eletrônico de varredura com lente objetiva de 2000x apresentou-se com formato retangular e com comprimento de 41,8  $\mu\text{m}$ . O cristal de lactose da amostra sem indução da cristalização observado no microscópio eletrônico de varredura com lente objetiva de 2000x apresentou-se com formato cônico e com comprimento de 68,7  $\mu\text{m}$  e largura de 16,1  $\mu\text{m}$ .

Percebe-se que os tamanhos dos cristais no microscópio óptico e no microscópio eletrônico de varredura apresentaram dimensões bem próximas.

Hunziker (1934) *apud* PERRONE (2006) afirma que, em leite condensado, os cristais não devem exceder 10  $\mu\text{m}$  e que, quando superam 30 $\mu\text{m}$ , tornam o produto arenoso.

Dos Santos (2012) analisou marcas comerciais e encontrou um resultado de apenas 25% das marcas com tamanho dos cristais inferior ao limite de 16  $\mu\text{m}$  que de acordo com Fox; Mcsweeney (1997) e Gänzle et al. (2008) os núcleos de lactose que são adicionados na etapa de microcristalização e que induzem a nucleação secundária, devem possuir no máximo 16 $\mu\text{m}$ . Isto indica um bom controle do processo de microcristalização realizado por estas marcas, pois os produtos já possuíam aproximadamente um a cinco meses de validade. Em complemento, 75% das marcas apresentaram valores superiores a 16 $\mu\text{m}$ , indicando que possuem condições favoráveis ao desenvolvimento de grandes cristais de lactose.

Mesmo os cristais apresentando-se maiores que os que a literatura recomenda para evidência de arenosidade, os provadores não detectaram essa alteração sensorial no produto, isso pode estar atrelado a alta viscosidade que pode ter mascarado essa percepção ou ao número de cristais, que não foram determinados nesse trabalho.



## 7 CONCLUSÕES

De acordo com os objetivos propostos, os resultados obtidos do trabalho mostraram que os leites condensados açucarados presentes no mercado da região oeste do Paraná possuem bastante variação em relação à composição centesimal em especial aos parâmetros lipídeos, pH, acidez, proteínas, carboidratos. Os diâmetros dos cristais de lactose e o comportamento reológico também apresentaram muita variação. Isso pode ser atrelado ao produto não possui um Regulamento Técnico ou Legislação específica.

Os tratamentos de leite condensado apresentaram propriedades físico químicas e microbiológicas similares.

O comportamento reológico do controle e dos tratamentos com permeado de soro apresentaram muito similares, enquanto o tratamento sem adição de lactose/permeado apresentou maior viscosidade.

O Parâmetro L apresentou uma diminuição durante a estocagem, característica da Reação de Maillard. Em relação ao parâmetro  $a^*$ , houve uma redução deste ao comparar o tempo inicial e final de análise. O valor de  $b^*$  apresentou variação significativa entre os tempos analisados ( $p < 0,05$ ), não demonstrando um padrão fixo de aumento e/ ou redução.

Os tamanhos dos cristais no microscópio óptico e no microscópio eletrônico de varredura apresentaram dimensões bem próximas. No microscópio eletrônico de varredura foi possível identificar o formato dos cristais de lactose e os mesmos apresentaram variação em relação aos diferentes tratamentos. O tratamento controle obteve o menor tamanho de cristais no produto final que se mantiveram ao longo dos 120 dias de estudo, apresentando características uniformes. Os tratamentos com adição do permeado de soro apresentaram-se com tamanho de cristais similares ao controle. Já o tratamento sem indução da cristalização apresentou cristais de tamanhos bem superiores.

Na avaliação sensorial o tratamento com adição de 0,03% de permeado de soro em pó micronizado apresentou melhor desempenho nos atributos sabor no 30° e 60° dia de armazenamento, impressão global e intenção de compra no 60° dia ( $p < 0,05$ ).

A lactose industrial micronizada possui função indutora similar e ainda se caracteriza como produto lácteo, facilitando sua assimilação relacionada ao produto.



Essas vantagens puderam ser comprovadas nesse estudo de acompanhamento do leite condensado produzido com permeado de soro em pó micronizado. Ao longo dos 120 dias, o produto manteve as características originais do produto, com o tamanho médio de cristais em um nível aceitável e apresentando cristais uniformes, que não influenciaram de forma alguma nas características sensoriais do produto.

Conclui-se então que a utilização da lactose industrial micronizada como indutor de cristalização no lugar da lactose monohidratada obtém resultados satisfatórios no quesito tamanho e uniformidade dos cristais, apresentando um produto final sem interferentes sensoriais.

## **SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS**

- Correlacionar o tamanho e a quantidade dos cristais de lactose com a percepção sensorial

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- ABREU, L. R. Tecnologia de Leite e Derivados – Processamento e Controle de Qualidade em Carne, Leite, Ovos e Pescado, **Lavras: UFLA/FAEPE**, 2000.
- ADORNO, R.A.C. Reologia de Sucos de Frutas Tropicais: Manga, Maracujá, Mamão e Goiaba. **Dissertação de Mestrado**. Faculdade de Engenharia de Alimentos, UNICAMP, 1997.
- AIMUTIS, W. R. Bioactive properties of milk proteins with particular focus on anticarcinogenesis. **Journal of Nutrition**, v. 134, n. 4, p. 989-995, 2004.
- ALAIS, C. Ciencia de la leche. Principio de técnica lechera. **Barcelona: Editorial Reverte**, S. A. 1985.
- ALMEIDA, K. N.; ALVIM, T. C.; SOUZA, A. R. M.; LACERDA, G. E.; ALVIM, F. A. L. S.; ALVIM, J. C. Hidrólise enzimática da lactose de permeado de soro. **Rev. Inst. Laticínios Cândido Tostes**, Juiz de Fora, v. 70, n. 2, p. 55-63, mar/abr, 2015
- AL-SAAD, J. M. S.; DEETH, H. C. Cross-linking of proteins and other changes in UHT milk during storage at different temperatures. **The Australian Journal of Dairy Technology**, v. 63, p.93-99, 2008.
- ALVAREZ DE FELIPE, A.I., MELCON, B. and ZAPICO, J. Structural changes in sweetened condensed milk during storage: an electron microscopy study. **J. Dairy Res.** v. 58, p. 337-344, 1991
- ALVES, M. P.; MOREIRA, R. O.; RODRIGUES, P. H.; MARTINS, M. C. F.; PERRONE, I. T.; CARVALHO, A. F. Soro de leite: Tecnologias para o processamento de coprodutos. **Rev. Inst. Laticínios Cândido Tostes**, Juiz de Fora, v. 69, n. 3, p. 212-226, mai/jun, 2014
- ANEMA, S.G.; LOWE, E. K.; LEE, S. K.; KLOSTERMEYER, H. Effect of the pH of skim milk at heating on milk concentrate viscosity. **International Dairy Journal**. p. 336-343, 2014
- ASADUZZAMAN, et al. A Study on the Quality of Sweetened Condensed Milk Available in the Local Market of Bangladesh. **Bangladesh J. Sci. Ind. Res.** p. 147-156, 2007.
- ASHTON, Elisa Guerra. Design e tecnologia: Reciclagem de produtos Multi-Materiais. **Universidade Federal do Rio Grande do Sul**, Porto Alegre, 2015.
- AUSTRALIA NEW ZEALAND FOOD AUTHORITY. **Labelling Statements on Reduced Fat and Condensed Milks** – Proposal P240,10/04, de 26 de junho de 2002. Disponível em: <http://www.foodstandards.gov.au/Pages/default.aspx>
- BALDASSO, C. Concentração, purificação e fracionamento das proteínas do soro lácteo através da tecnologia de separação por membranas. **Dissertação (Mestrado em Engenharia)** – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Escola de Engenharia, Porto Alegre, 2008.

BALDASSO, C.; BARROS, T. C.; TESSARO, I. C. Concentration and purification of whey proteins by ultrafiltration. **Desalination**, v. 278, p. 381-386, 2011

BLOORE, C.G. and BOAG, I.F. Some factors affecting the viscosity of concentrated skim milk. **New Zealand J. Dairy Sci. Technol.** v. 16, p. 143-154. 1981.

BOLZAN, Rodrigo Cordeiro. Bromatologia. **Frederico Westpjalén: Universidade Federal de Santa Maria**, Colégio Agrícola de Frederico Westphalen, 2013. Disponível em: <[http://estudio01.proj.ufsm.br/cadernos/cafw/tecnico\\_agroindustria/bromatologia.pdf](http://estudio01.proj.ufsm.br/cadernos/cafw/tecnico_agroindustria/bromatologia.pdf)>.

BOURNE M. Food texture and viscosity, concept and measurement. **Food science and technology international series**. Academic press, London, p. 427. 2002

BRASIL, Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade de Leite cru Refrigerado. **Instrução Normativa 62**, 29 de dezembro, 2011.

\_\_\_\_\_, Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Métodos analíticos oficiais físico-químicos para controle de leite e produtos lácteos. Método B. **Instrução Normativa 68**, 12 de dezembro, 2006.

\_\_\_\_\_. UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS. Tabela brasileira de composição de alimentos - TACO. 4. ed. Campinas: Unicamp, 2016. 161 p. Disponível em: <[http://www.unicamp.br/nepa/taco/contar/taco\\_4\\_edicao\\_ampliada\\_e\\_revisada.pdf?arqui](http://www.unicamp.br/nepa/taco/contar/taco_4_edicao_ampliada_e_revisada.pdf?arqui)>.

\_\_\_\_\_. Ministério da Agricultura, Pecuária e do Abastecimento. Determinação do Resíduo Mineral Fixo em Leite e Derivados Lácteos. Método de ensaio – MET POA/13/02/01, de 11 de Junho de 2014. Disponível em: < <http://www.agricultura.gov.br/assuntos/laboratorios/metodos/arquivos-metodos-da-area-poa-iqa/met-poa-13-02-residuo-mineral-fixo.pdf>>.

\_\_\_\_\_. Ministério da Agricultura. RIISPOA -Regulamento da Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal. 1952.

\_\_\_\_\_. Ministério da Agricultura. RIISPOA -Regulamento da Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal. 2017.

BRITO, A. B. N., Estudo da cristalização de lactose em diferentes solventes. **São Carlos : UFSCar**, 132 p., 2007.

BRITO, Maria Aparecida et al. Acidez titulável. Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária – **EMBRAPA**. Disponível em: <[http://www.agencia.cnptia.embrapa.br/Agencia8/AG01/arvore/AG01\\_194\\_21720039246.html#topoPagina](http://www.agencia.cnptia.embrapa.br/Agencia8/AG01/arvore/AG01_194_21720039246.html#topoPagina)>. 2017

BRONDI, J. Z. et al. Avaliação físico-química de diferentes marcas de leite condensado. **Higiene alimentar**, v. 25, p. 305-306, 2011. Disponível em: <<http://www.sovergs.com.br/site/higienistas/trabalhos/10222.pdf>>.

BROADHEAD, S.K.E.J., ROUAN, C.T. The spray drying of pharmaceuticals, **Drug Dev. Ind. Pharm.** p. 1169–1206, 1992.

BYERS, J.E., PECK, G.E., The effect of mill variables on a granulation milling process, **Drug Dev. Ind. Pharm.** p. 1761–1769, 1990.

CABRAL, R.A.F. Influência da temperatura e fração de água nos parâmetros reológicos do extrato de café. Tese de Mestrado. **Faculdade de Engenharia e Ciência de Alimentos, UNESP**, 2000.

CARVALHO, A. F.; MAUBOUIS, J. L. Applications of membrane technologies in the dairy industry. In: COIMBRA, J. S. R.; TEIXEIRA, J. A. Engineering aspects of milk and dairy products. Boca Raton: CRC Press, cap. 3, p. 33-57, 2010.

CEPEA, Centro de Estudos Avançados em Economia Aplicada, Departamento de Economia, Administração e Sociologia ESALQ - Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz. **USP - Universidade de São Paulo Piracicaba**, SP, 2017.

CODEX ALIMENTARIUS, Codex Stan 282, **FAO**, 1971. Disponível em: <[http://www.codexalimentarius.net/web/standard\\_list.jsp](http://www.codexalimentarius.net/web/standard_list.jsp)>.

CONSELHO REGIONAL DE QUÍMICA 4ª REGIÃO (São Paulo). Minicursos CRQ-IV – Microbiologia de Alimentos. São Paulo, 8 p., 2008. Disponível em: <[http://www.crq4.org.br/sms/files/file/microbiologia2\\_alimentos\\_2008.pdf](http://www.crq4.org.br/sms/files/file/microbiologia2_alimentos_2008.pdf)>.

DOS SANTOS, M. C. Caracterização e avaliação microscópica de leites condensados produzidos no Brasil. Dissertação (Mestrado) - **Programa de Mestrado Profissional em Ciência e Tecnologia do Leite e Derivados, Universidade Federal de Juiz de Fora**, Juiz de Fora, 2011.

EARLY, R. (Ed.). The Technology of Dairy Products. 2ª ed. **London: Blackie Academic e Professional**, 446p, 1998.

ELIASSON, A.-C. Carbohydrates in Food. 2. ed. **Boca Raton, FL: CRC Press**, 2006.

EL-KHAIR, A. A. A. Formulation of milk permeate for utilization as electrolyte beverages. **Australian Journal of Basic and Applied Sciences**, v. 3, n. 2, p. 572-578, 2009.

ELLNER, R.; SCHLUTER C. Preguntas y Respuestas sobre la microbiologia de la leche y los productos lacteos. **Ed. Diaz de Santos**. 2000.

ESTRELA et al. Avaliação da qualidade de leite condensado à base se extrato de coco. **Nutrição e Saúde**. Instituto de Bioeducação. Campina Grande – PB. p. 91-105, 2017.

FAN, F.; LIU, M.; SHI, P.; XU, X.; LU, W.; WHANG, Z.; DU, M.; Protein cross-linking and the Maillard reaction decrease the solubility of milk protein concentrates. **Food Sci Nutr.** p.1–8, 2018.

FARAH, J. S.; SILVA, M. C.; CRUZ, A. G. Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC) em produtos lácteos. **Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia do Rio de Janeiro (IFRJ)**, Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos. 2018.

FELBERG, I. Formulações mistas de leites condensados açucarados de vaca e de soja: avaliação sensorial e reológica. **Universidade Estadual de Campinas**. Campinas, 1994.

FERREIRA, Costa do Amaral et al. Análises físico-químicas e quimiométrica de leites condensados. **56º Congresso Brasileiro de Química**. Belém. 2016. Disponível em: <<http://www.abq.org.br/cbq/2016/trabalhos/10/9603-23069.html>>.

FINZER, J. R. D., MARTINS, J. R. Cristalização de lactose, **FAZU em Revista, Uberaba**, v. 8., p. 83-88, 2011.

FLAUZINO, R. D. Influência da temperatura e do teor de gordura nos parâmetros reológicos do leite condensado e creme de leite, São José do Rio Preto, 2007.

FOOD STANDARDS AUSTRALIA NEW ZEALAND. Disponível em: <<http://www.foodstandards.gov.au/standardsdevelopment/proposals/proposalp240advisorystatementforreducedfatandcondensedmilks/index.cfm>>

FOX, P. F. Advanced Dairy Chemistry. 2. ed. **London: Chapman & Hall**, v. 3, p. 1-38., 1997.

GALINA, C. Produção de Leite Condensado. Blumenau. **Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em Engenharia Química)**, Universidade Regional de Blumenau, 166p., 2010.

GANZLE, M. G.; HAASE, G.; JELEN, P. Lactose: Crystallization, hydrolysis and value-added derivatives. **International Dairy Journal** Volume 18, Issue 7, p. 685-694, 2008.

GASPARDI, A. L. A.; MICHELLI, J.; PONTES, C. G.; OLIVEIRA, L. A.; BRANDÃO, N. A.; DUTRA, M. B. L. Avaliação sensorial de amostras comerciais de leite condensado. **Rev. Inst. Laticínios Cândido Tostes**, Juiz de Fora, v. 70, n. 6, p. 295-300, nov/dez, 2015

GOULARD, D. B.; HARTEL, R. W. Lactose crystallization in milk protein concentrate and its effects on rheology. **Journal of Food Engineering** Volume 212, p. 97-107, 2017.

HABERT, A. C; BORGES, C. P.; NOBREGA, R. Processos de separação por membranas. **Rio de Janeiro: e-papers**, 180p., 2006.

HALL, C. W.; HEDRICK, T. I. Drying of milk products. 2. ed. Westport, **AVI Publishing** 323p, 1971

HARAGUCHI, F. K.; ABREU, W. C. de; PAULA, H. de. Proteínas do soro do leite: composição, propriedades nutricionais, aplicações no esporte e benefícios para a saúde humana. **Revista de Nutrição**, v. 19, n. 4, p. 479-488, 2006.

HARTEL, R. W. Controlling sugar crystallization in food products. **Food Technology**, Chicago, v. 47, n. 11, p. 99-107, Nov. 1993.

HOLSINGER, V. H. Physical and Chemical Properties of Lactose. In: FOX, P. F. Advanced Dairy Chemistry. 2 Ed. **London: Chapman & Hall**, v. 3, p. 1-38, 1997.

HOUGH, G.; MARTINEZ, E.; CONTARINI, A. Sensory and objective measurement of sandiness in dulce de leche, a typical argentine dairy product. **Journal of Dairy Science**, v. 73, n. 3, p. 604-611, Mar. 1990.

HOUGH, G.; WAKELING I.; MUCCI, A.; CHAMBERS, E.; GALLARDO, I. M.; ALVES, L. R. Number of consumers necessary for sensory acceptability tests. **Food Quality and Preference**, p. 522–526, 2006.

HUNZIKER, O. F. Condensed milk and milk powder. 5. ed. **La Grange**. Illinois. 696 p., 1934

Instituto Adolfo Lutz (São Paulo). Métodos físico-químicos para análise de alimentos/coordenadores Odair Zenebon, Neus Sadocco Pascuet e Paulo Tiglea -- São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, Versão eletrônica. p. 868-869, 2008.

JANCIC, S. J.; GROOTSCHOLTEN, P. A. M. Nucleation: Mechanisms and sources of nuclei in industrial crystallizers. In: Industrial crystallization. Delft: Delft Universit Press, cap. 2, p. 15-37, 1984.

KANILINA, O.; KOVALENKO, O.; KORNILOVA, O. Investigation of viscosity of whole hydrolyze sweetened condensed milk **Ukrainian Food Journal**, Vol. 3, Issue 2., p. 193-201, 2014.

KOBLITZ, M.G.B. Matérias-primas alimentícias – Composição e controle de qualidade. Rio de Janeiro: **Guanabara Koogan**, 314 p., 2011

LABUZA, T. P., BAISIER, W. M. (1992). The kinetics of nonenzymatic browning physical chemistry of foods. New York, USA: Marcel Dekker Inc., p. 595–649, 1992

LAGARINHOS, C., TENÓRIO, J. Tecnologias utilizadas para a reutilização, reciclagem e valorização Energética de Pneus no Brasil. **Polímeros**, v. 18, n. 2, p. 106-118, 2008

LANDGRAF, M. Microbiologia dos Alimentos. **São Paulo: Atheneu**. 182p., 2008.

LAUX, F. N. Utilização da Micronização na Reciclagem de Barbeadores Multimateriais Descartáveis. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2015.

LEONHARDT, M. Estudo de agentes inibidores da reação de Maillard em leite condensado. Centro Universitário Univates. Curso de Química Industrial. Lajeado, dezembro de 2015

MAZZOBRE, M. F.; AGUILERA, J. M.; BUERA, M. P. Microscopy and calorimetry as complementary techniques to analyze sugar crystallization from amorphous systems. **Carbohydrate Research**, v. 338, n. 6, p. 541–548, mar. 2003.

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

MC CLEMENTS, J. Food biopolymers and colloids research laboratory, 2005. Disponível em: <http://www.unix.oit.umass.edu/~mcclemen/581Rheology.html>.

MENDES, P. N. Otimização do processo de produção de leite condensado empregando pré-concentração por membranas. 2011. 57 f. Dissertação (Mestrado) - **Curso de Programa de Pós-graduação em Ciência e Tecnologia do Leite e Derivados**, Universidade Federal de Juiz de Fora, Juiz de Fora, 2011. Disponível em: <<http://www.ufjf.br/mestradoleite/files/2013/01/Dissetação-final.pdf>>.

METSÄMUURONEN, S; NYSTYÖM, M. Enrichment of  $\alpha$ -lactalbumin from diluted whey with polymeric ultrafiltration membranes. **Journal of Membrane Science**, v. 337, n. 1-2, p. 248-256, 2009.

MORIN, P.; BRITTEN, M.; JAMÉNEZ-FLORES, R.; POULIOT, Y. Microfiltration of Buttermilk and Washed Cream Buttermilk for Concentration of Milk Fat Globule Membrane Components. **Journal of Dairy Science**, v. 90, n. 5, p. 2132-2140, 2007.

MOULIN, G.; GALZY, P. Whey, a potencial substrate for biotechnology. **Biotechnology and Genetic Engineering Reviews**, p. 347-374, 1984.

MUIR, D. D. Lactose. **Journal of the Society of Dairy Technology**, Huntingdon Cambs, v. 43, n. 2, p. 33-34, May, 1990.

NARANJO, G. B.; GONZALES, A. S. P.; LEIVA, G. E.; MALEC, L. S. The kinetics of Maillard reaction in lactose-hydrolysed milk powder and related systems containing carbohydrate mixtures. **Food Chemistry**, p. 3790–3795, 2013.

NÝVLT, J.; HOSTOMSKY, J.; GIULIETTI, M. Cristalização. **Brasil: EdUFSCar/IPT**, 160 p., 2001.

OETTERER, M.; D´ARCE, A. B., M. A.; SPOTO, M. H. F. Fundamentos de Ciencia e Tecnologia de Alimentos. **Editora Manole Ltda**, 612 p., 2006.

PARASHAR, A.; JIN, Y.; MASON, B.; CHAE, M.; BRESSLER, D. C. Incorporation of whey permeate, a dairy effluent, in ethanol fermentation to provide a zero waste solution for the dairy industry. **Journal of dairy science**, v. 99, n. 3, p. 1859–1867, 2015.

PARRY, J. R. M. Milk coagulation and protein desnaturation. 2ed. p. 603-661, 1974.



PATEL, A.; GANDHP, H.; SUDHIR, S.; PATIL, G. Shelf-life modeling of sweetenes condensed milk based on kinetics of maillard browning. **Division of Dairy Technology. National Dairy Research Institute Karnal-132 0 1** , Haryma, India Accepted for Publication July 3 1, 1996.

PELLEGRINO, L.; DE NONI, I.; RESMINI, P. Coupling of lactulose and furosine indices for quality evaluation of sterilized milk. **International Dairy Journal** Volume 5, Issue 7, p. 647-659, 1995.

PERRONE, I. T.; Efeito da nucleação secundária sobre a cristalização do doce de leite. **Lavras : Universidade Federal de Lavras**, 2006. 49 p

PERRONE, I. T., SILVA, P. H. F., VARGAS, P. I. R., FONTES, L. B. A., FARIA, L. M. G. C. Avaliação do Método Prático de Determinação de Viscosidades por Escoamento e suas Correlações com a Composição do Leite Condensado. **Revista do Instituto de Laticínios Cândido Tostes**. Juiz de Fora, v. 63, n. 362, p. 17-20, 2008.

PERRONE, I. T., et al.. Determinação do número e tamanho dos cristais de lactose em leite condensado proveniente de diferentes pontos da embalagem. **Revista do Instituto de Laticínios Cândido Tostes**, Juiz de Fora, v. 63, n. 361, p. 31-34, mar./abr. 2008.

PERRONE, I. T.; STEPHANI, R.; NEVES, B. S. Doce de leite: Aspectos tecnológicos. Juiz de Fora. 186p., 2011.

PRAZERES, A. R.; CARVALHO, F; RIVAS, J. Cheese whey management: A review. **Journal of Environmental Management**, v. 110, p. 48-68, 15 nov. 2012.

PRENTICE. J. H. Dairy Rheology. A Concise Guide. VCH, New York. 1992.

PUISIEUX, G. F, et al., Polymeric micro and nanoparticles as drug carriers, in: **S. Dumitrius (Ed.)**, Polymetric Biomaterials, Marcel Dekker, New York, 1994.

RAO, M.A.; Rheology of Fluid and Semisolids Foods-Principles and Applications. Maryland, USA, **Aspen Publication**, 1999.

REDDY, C.H.S.; DATTA, A.K. Thermophysical properties of concentrated reconstituted milk during processing. **J. Food Eng.** p. 31-40, 1994.

RENHE, I. R. T.; PERRONE, I. T.; SILVA, P. H. F. Leite condensado: Identidade, qualidade e tecnologia. Juiz de Fora: Templo, 232 p., 2011. Disponível em: <<http://www.leitecondensado.org/publicacao>>

RENHE, I. R. T.; PEREIRA, D. B. C.; SÁ, J. F. O. S.; DOS SANTOS, M. C.; TEODORO, V. A. M.; MAGALHÃES, F. A. R.; PERRONE, I. T.; SILVA, P. H. F. Characterization of physicochemical composition, microbiology, sensory evaluation and microscopical attributes of sweetened condensed milk. **Food Science and Technology**, Campinas – SP, 14/06/2017

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

RUSSO, J. F. S., Permeado de soro e suas aplicações: um futuro promissor. Milkpoint, 2016. Disponível em: <https://www.milkpoint.com.br/industria/cadeia-do-leite/giro-de-noticias/permeado-de-soro-e-suas-aplicacoes-um-futuro-promissor-98617n.aspx>

SÁ, J. F. O. Caracterização microbiológica de doce de leite, leite condensado e queijo Minas Padrão por metodologia clássica e padronização de multiplex para detecção de patógenos por PCR em tempo real. 112 p., 2012.

SÁ, J. F. O., et al. Perfil microbiológico do leite condensado produzido no Brasil. **Rev. Inst. Latic. "Cândido Tostes"**, Set/Out, nº 364, 63: 42-45, 2008

SARON, M. Aproveitamento do permeado de soro de leite bovino através da transformação da lactose em lactulose e como ingrediente para meios de culturas de bactérias probióticas, Campinas, 2003.

SANTOS, M. C.; OLIVEIRA, J. N.; SILVA, P. H. F.; PERRONE, I. T.; RENHE, I. R. T. Avaliação de aspectos normativos do leite condensado brasileiro e no mundo. **Rev. Inst. Latic. Cândido Tostes**, Jul/Ago, nº 369, 64: 39-47, 2009

SHIMODA, M.; YOSHIMURA, Y.; YOSHIMURA, T.; NODA, K.; OSAJIMA, Y. Volatile Flavor Compounds of Sweetened Condensed Milk. **Journal of food science**. Vol. 66, No. 6, 2001

SILVA, C. V. Desenvolvimento de uma mistura láctea a base de soro de leite em substituição ao leite condensado para emprego na produção de sobremesas industriais. Universidade Federal de Minas Gerais. 2016

SILVA, F. C.; GUIMARÃES, D. H. P.; GASPARETTO, C. A. Reologia do Suco de Acerola: Efeitos da Concentração e Temperatura. **Ciência e Tecnologia de Alimentos**, Campinas, v. 25, n. 1, p. 121-126, 2005.

SINGH, H. Heat stability of milk. **International Journal of Dairy Technology**, v.57, p.111-119, 2004.

SINHA, R.; CHERUPPANPULLIL, R.; PRAKASH, J.; KAULTIKU, P. Whey protein hydrolysate: Functional properties, nutritional quality and utilization in beverage formulation. **Food Chemistry**, v. 101, n. 4, pp.1484- 1491, 2017

SOARES, J. M.; SANTOS, M. M. R.; CANDIDO, C. J.; SANTOS, E. F.; NOVELLO, D. Cookies adicionados de farinha de jatobá: composição química e análise sensorial entre crianças. **Rev. Bras. Pesq. Saúde**, Vitória, p. 74-82, jul-set, 2016

SPREER, E. Lactologia industrial. 2ª ed. **Zaragoza**, Acribia, 1991.

STOLIAR, M. U. S. Whey ingredients in bakery products. U.S. Dairy Export Council® (USDEC Monography) – Arlington, 8p., 2009.

TAN, R. Manufacture of sweetened condensed milk and significance of lactose. In P. F. Fox & P. L. H. McSweeney (Eds.), *Advanced dairy chemistry: lactose, water, salts and minor constituents* (4th ed., vol. 3). London:Thomson Science. 2009

TEIXEIRA, L. V. Análise sensorial na Indústria de alimentos. **Rev. Inst. Latic. Cândido Tostes**, Jan / Fev , nº 366, 64: 12-21, 2009

THURLBY, J. A; SITNAI, O; Lactose crystallization: investigation of some process alternatives, **J. Food Sci.** 41. p. 43–47, 1976.

TUNG, M.A. 1978. Rheology of protein dispersions. **J. Texture Studies** 9,p.3-31. 1978.

UNITED STATES, 21CFR131.120. Code of Federal Regulations, **FDA** Disponível em:<<http://www.accessdata.fda.gov/scripts/cdrh/cfdocs/cfcfr/CFR-Search.cfm?fr=131.120&SearchTerm=sweetened%20condensed%20milk.>>.

VANDANA, K. R.; et al. An overview on in situ micronization technique – An emerging novel concept in advanced drug delivery. **Saudi Pharmaceutical Journal**, v. 22, p. 283-289, 2014.

VARNAM, A. H.; SUTHERLAND, J. P. Leche y productos lácteos: tecnología, química y microbiología. **Zaragoza: Editorial Acribia**, 1995.

VARNAM, Alan H.; SUTHERLAND, Jane P. Leche y productos lácteos: tecnologia, química y microbiologia. **Zaragoza: Editorial Acribia**, 476 p., 1994.

VELEZ-RUIZ, J. F., BARBOSA-CANOVAS, G. V., Rheological Properties of Concentrated Milk as a Function of Concentration, Temperature and Storage Time. **Journal of Food Engineering** 35, P.177-190, 1998.

WALSTRA, P.; GEURTS, T. J.; NOOMEN, A.; JELLEMA, A.; BOEKEL, M. A. J. S. Ciencia de la leche y tecnología de los produtos lácteos. 1. ed., **Zaragoza: Editorial Acribia**, p. 439-441, 2001.

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

WALSTRA, Pieter, WOUTERS, Jan T. M.; GEURTS, Tom J.;. Dairy science and technology.2ª Ed. Boca Raton: CRC Press, 763 p., 2006.

WHITTIER, E. O. Lactose and its utilization: a review. **Journal of Dairy Science**. Ohio, v. 27, n. 7, p. 505-529, Jul. 1944.

ZACARCHENCO, P. B.; VAN DENDER, A. G. F.; SPADOTI, L. M.; GALINA, D. A.; TRENTO, F. K. H. S.; ALVES, A. T. S. Permeado de soro: Aplicações que agregam valor aos coprodutos do leite. *Anuário Leite e Derivados*, v. 23, n. 131, p. 48-55, 2012.

ZUCULA, Z. A. Estudo da dependência da qualidade do leite condensado Coroa Azul pela fábrica Protal-Produtos Alimentares com o tempo e a temperatura de conservação. Faculdade de Ciências. Universidade Eduardo Mondlane, Maputo, 2012.

## ANEXO I

**TERMO DE CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO (TCLE)**

**Título da pesquisa: ESTUDO DAS CONDIÇÕES DE CRISTALIZAÇÃO E VIABILIDADE TÉCNICA DO LEITE CONDENSADO ATRAVÉS DA SUBSTITUIÇÃO DA LACTOSE MICRONIZADA POR PERMEADO DE SORO EM PÓ MICRONIZADO**

**Pesquisadora responsável pela pesquisa, com Endereços e Telefones:** Deisy Alessandra Drunkler. Endereço: Avenida Brasil, 4232, Parque Independência – CEP 85884-000 – Medianeira-PR. Telefones: (45) 3240-8089 e (45) 99111-3035.

**Acadêmica:** Mariana Riani Massari

**Local de realização da pesquisa:** UTFPR – Universidade Tecnológica Federal do Paraná – Câmpus Medianeira.

**Endereço, telefone do local:** Avenida Brasil, 4232, Parque Independência – CEP 85884-000 – Medianeira – Paraná – Brasil. Telefone: (45) 3240-8000.

**A) INFORMAÇÕES AO PARTICIPANTE****1. Apresentação da pesquisa.**

O objetivo do estudo é substituir a lactose micronizada por permeado de soro micronizado a fim de verificar a eficiência do mesmo na cristalização da lactose em leite condensado açucarado e, desta forma, utilizar um sub-produto da indústria de laticínios. Para tal, serão elaboradas quatro formulações: 01 controle (0,03% de lactose anidra), 02 (0,03% de permeado de soro em pó micronizado), 03 (0,033% de permeado de soro em pó micronizado) e 04 (sem indução da cristalização). As formulações serão submetidas à determinação da composição centesimal, propriedades físico-químicas, análises reológicas e de cor; caracterização

do diâmetro médio dos cristais de lactose e avaliação da aceitabilidade sensorial. Durante a vida útil (7, 15, 30, 60, 90 e 120 dias) serão avaliados o diâmetro da lactose, análise sensorial, reologia e cor. Espera-se obter um leite condensado açucarado com as mesmas propriedades quando adicionado o permeado de soro micronizado obtido por ultrafiltração em comparação ao processo tradicional de adição da lactose micronizada. Desta forma, o(a) senhor(a) está convidado(a) a participar desta pesquisa conduzida pela aluna do Programa de Pós Graduação em Tecnologia de Alimentos do Câmpus Medianeira da Universidade Tecnológica Federal do Paraná.

## **2. Objetivos da pesquisa**

O trabalho tem por objetivo verificar se é possível substituir a lactose micronizada comercial por permeado de soro micronizado obtido pelo processo de ultrafiltração na cristalização induzida da lactose presente no leite condensado açucarado. Para tal, os seguintes objetivos específicos deverão ser cumpridos: elaborar leite condensado açucarado substituindo lactose anidra por permeado de soro micronizado; determinar a concentração de permeado de soro obtido por UF micronizado a ser adicionado; determinar a composição centesimal e as propriedades físico-químicas e reológicas dos leites condensados açucarados obtidos pela adição de permeado de soro obtido por UF micronizado nos tempos 7, 15, 30, 60, 90 e 120 dias; caracterizar o diâmetro médio dos cristais de lactose nos leites condensados açucarados adicionados de permeado de soro obtido por UF micronizado nos tempos 7, 15, 30, 60, 90 e 120 dias; avaliar aceitabilidade sensorial do leite condensado açucarado adicionado de permeado de soro obtido por UF micronizado nos tempos 7, 15, 30, 60, 90 e 120 dias; determinar a composição centesimal, propriedades físico-químicas e reológicas de leites condensados açucarados presentes no comércio local.

## **3. Participação na pesquisa.**

A pesquisa será realizada na Universidade Tecnológica Federal do Paraná, Câmpus Medianeira, com o corpo docente, discente e técnicos administrativos da Instituição, através de um questionário que será aplicado *in loco* aos respondentes maiores de 18 anos. O voluntário realizará no Laboratório de Análise Sensorial do Câmpus Medianeira da UTFPR a análise sensorial de quatro (04) amostras ao total, sendo 01 controle (0,03% de lactose anidra), 02 (0,03% de permeado de soro em pó micronizado), 03 (0,033% de permeado de soro em pó micronizado e 04 (sem indução da cristalização). As amostras serão acompanhadas por um copo de água e o participante

será orientado a bebê-la entre as amostras, para remoção do sabor residual e limpeza das papilas gustativas.

#### **4. Confidencialidade.**

Todos os dados coletados serão utilizados somente para os fins da pesquisa e serão tratados com sigilo e confidencialidade, de modo a preservar a identidade do provador, bem como garantida a privacidade de seus conteúdos, como preconiza a Resolução 466/12 do Conselho Nacional de Saúde.

#### **5. Desconforto, Riscos e Benefícios**

**5a) Desconfortos e riscos:** Em caso de o provador sentir algum tipo de desconforto, este poderá se recusar a participar, ou mesmo desistir a qualquer momento sem que isto acarrete qualquer ônus ou prejuízo pessoal, pois a sua participação é totalmente voluntária. Indivíduo alérgico à proteína do leite, ou intolerante à lactose, ou diabético será orientado a não participar da análise sensorial. Caso ocorram efeitos indesejáveis será encaminhado para a unidade de saúde mais próxima, sendo os custos deste de responsabilidade da pesquisadora.

**5b) Benefícios:** O(a) senhor(a) não terá benefício direto; porém, com os resultados obtidos e disseminados através dos meios científicos a indústria e os pesquisadores da área de alimentos poderão utilizar-se destes na elaboração de produtos que venham atender além das expectativas dos consumidores a agregação de valor e de uso de um subproduto da indústria de laticínios, que é o permeado de soro.

#### **6. Critérios de Inclusão e Exclusão**

**6a) Inclusão:** Qualquer indivíduo que tenha vínculo com o Câmpus Medianeira da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, pertencente ao corpo discente, docente ou técnico administrativo, funcionários terceirizados, com idade superior a 18 anos, consumidores habituais de leite condensado.

**6b) Exclusão:** Exclui-se da análise sensorial diabéticos, intolerantes à lactose, pessoas com gastrite, úlcera, ou qualquer outra restrição que impossibilite a ingestão dos produtos. Excluem-se também pessoas que tenham alergia à proteína do leite ou que não gostem do produto.

#### **7. Direito de sair da pesquisa e esclarecimentos durante o processo**

Durante todo o período da pesquisa, o(a) senhor(a) terá o direito de esclarecer qualquer dúvida ou pedir qualquer outro esclarecimento, bastando para isso entrar em contato com o pesquisador. Garante-se também ao participante a plena liberdade de recusar-se a participar ou retirar seu consentimento, em qualquer fase da pesquisa, sem penalização alguma pela sua decisão. Se desejar poderá ter acesso ao resultado final da pesquisa, conforme o informado abaixo.

( ) Sim, desejo receber os resultados da pesquisa (email para envio : \_\_\_\_\_)

( ) Não desejo receber os resultados da pesquisa

#### **8. Ressarcimento ou indenização**

Os gastos necessários para a sua participação na pesquisa serão de responsabilidade da pesquisadora. O participante poderá desistir a qualquer momento de participar deste estudo, sem ônus algum, e qualquer tipo de indenização será realizada conforme previsto na Resolução 466/12 do Conselho Nacional de Saúde.

#### **ESCLARECIMENTOS SOBRE O COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA:**

O Comitê de Ética em Pesquisa envolvendo Seres Humanos (CEP) é constituído por uma equipe de profissionais com formação multidisciplinar que estão trabalhando para assegurar o respeito aos seus direitos como participante de pesquisa. Ele tem por objetivo avaliar se a pesquisa foi planejada e se será executada de forma ética. Se você considerar que a pesquisa não está sendo realizada da forma como você foi informado ou que você está sendo prejudicado de alguma forma, entre em contato com o Comitê de Ética em Pesquisa envolvendo Seres Humanos da Universidade Tecnológica Federal do Paraná (CEP/UTFPR). Av. Sete de Setembro, 3165, Rebouças, CEP 80230-901, Curitiba-PR, telefone: 3310- 4494, e-mail: coep@utfpr.edu.br.

#### **B) CONSENTIMENTO**

Eu declaro ter conhecimento das informações contidas neste documento e ter recebido respostas claras às minhas questões a propósito da minha participação direta (ou indireta) na pesquisa e, adicionalmente, declaro ter compreendido o objetivo, a natureza, os riscos e benefícios deste estudo.

Após reflexão e um tempo razoável, eu decidi, livre e voluntariamente, participar deste estudo. Estou consciente que posso deixar o projeto a qualquer momento, sem nenhum prejuízo.

Nome completo: \_\_\_\_\_

RG: \_\_\_\_\_ Data de Nascimento: \_\_\_/\_\_\_/\_\_\_ Telefone: \_\_\_\_\_

Endereço: \_\_\_\_\_

CEP: \_\_\_\_\_ Cidade: \_\_\_\_\_ Estado: \_\_\_\_\_

Assinatura: \_\_\_\_\_ Data: \_\_\_/\_\_\_/\_\_\_

Eu declaro ter apresentado o estudo, explicado seus objetivos, natureza, riscos e benefícios e ter respondido da melhor forma possível às questões formuladas.

Nome completo: Deisy Alessandra Drunkler

Assinatura pesquisador: \_\_\_\_\_ Data: \_\_\_/\_\_\_/\_\_\_

Para todas as questões relativas ao estudo ou para se retirar do mesmo, poderão se comunicar com Deisy A. Drunkler, via e-mail: deisydrunkler@utfpr.edu.br, telefone: (45) 3240-8000, ou com Mariana Riani Massari, via e-mail: mmassariufq@frimesa.com.br, telefone: (45) 998134060.

**Endereço do Comitê de Ética em Pesquisa para recurso ou reclamações do sujeito pesquisado:** Comitê de Ética em Pesquisa da Universidade Tecnológica Federal do Paraná (CEP/UTFPR) REITORIA: Av. Sete de Setembro, 3165, Rebouças, CEP 80230-901, Curitiba-PR, telefone: 3310- 4943, e- mail: coep@utfpr.edu.br.

**OBS:** este documento deve conter duas vias iguais, sendo uma pertencente ao pesquisador e outra ao sujeito de pesquisa.



## ANEXO II

**ANÁLISE SENSORIAL DE LEITE CONDENSADO AÇUCARADO ATRAVÉS DA  
SUBSTITUIÇÃO DA LACTOSE MICRONIZADA POR PERMEADO DE SORO EM  
PÓ MICRONIZADO**

Sexo: ( )Feminino ( )Masculino      Idade:\_\_\_\_\_      Data:\_\_\_/\_\_\_/\_\_\_

a) Teste de aceitabilidade: você está recebendo quatro amostras codificadas de leite condensado açucarado. Por favor, prove as amostras e avalie as amostras servidas, empregando a escala abaixo, quanto a aparência, aroma, cor, sabor, textura e impressão global:

(9) gostei muitíssimo
(8) gostei muito
(7) gostei moderadamente
(6) gostei ligeiramente
(5) não gostei/nem desgostei
(4) desgostei ligeiramente
(3) desgostei moderadamente
(2) desgostei muito
(1) desgostei muitíssimo

Atributos	Número da amostra			
Aparência				
Aroma				
Cor				
Sabor				
Textura				
Impressão global				

Comentários:\_\_\_\_\_

b) Teste de intenção de compra: avalie as quatro amostras codificadas de leite condensado açucarado segundo a sua intenção de compra, caso você encontrasse estes produtos disponíveis no mercado, de acordo com a escala abaixo:

(5) Certamente compraria
(4) Provavelmente compraria
(3) Tenho dúvidas se compraria
(2) Provavelmente não compraria
(1) Certamente não compraria

Número da amostra	Intenção de compra

Comentários: \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_