

Universidade Federal de Juiz de Fora  
Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia do Leite e Derivados  
Mestrado Profissional em Ciência e Tecnologia do Leite e Derivados

Paula Nunes Mendes

**OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO DE PRODUÇÃO DE LEITE CONDENSADO  
EMPREGANDO PRÉ-CONCENTRAÇÃO POR MEMBRANAS**

Juiz de Fora  
2011

Paula Nunes Mendes

**OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO DE PRODUÇÃO DE LEITE CONDENSADO  
EMPREGANDO PRÉ-CONCENTRAÇÃO POR MEMBRANAS**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Leite e Derivados, Mestrado Profissional em Ciência e Tecnologia de Leite e Derivados, área de concentração: Novos Produtos e Processos, da Universidade Federal de Juiz de Fora, como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre.

Orientador: Prof. Dr. Marco Antônio Moreira Furtado

Juiz de Fora  
2011

OTIMIZAÇÃO DO PROCESSO DE PRODUÇÃO DE LEITE CONDENSADO  
EMPREGANDO PRÉ-CONCENTRAÇÃO POR MEMBRANAS

PAULA NUNES MENDES

**ORIENTADOR: MARCO ANTÔNIO MOREIRA FURTADO**

Dissertação de Mestrado submetida ao Programa de Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia do Leite e Derivados, da Universidade Federal de Juiz de Fora - UFJF, como parte dos requisitos necessários à obtenção do título de Mestre em Ciência e Tecnologia do Leite e Derivados.

Aprovada em \_\_\_\_/\_\_\_\_/\_\_\_\_

---

PROF. DR. ÍTALO TULER PERRONE

---

DR. FABIANO FREIRE COSTA

---

PROF. DR. MARCO ANTÔNIO MOREIRA FURTADO

## AGRADECIMENTOS

Ao amado Julio, que esteve sempre ao lado, dando o apoio incondicional, desde o início deste trabalho bem como em minha vida.

Meu Pai - Luiz Antonio - que ensinou desde os primeiros passos a manter a firmeza de minhas decisões e busca constante pelos objetivos.

Minha Mãe - Lucia Helena - disposta a ajudar sempre, sem restrições.

Meu querido irmão Olympio, eterno exemplo de dedicação, seriedade e amor.

Ao amigo Marco Antonio, orientador de extrema competência e experiência.

Ao estimado Ítalo, pela sua disposição a orientar sempre.

Ao amigo Paulo Henrique, com apoio e orientação no projeto do mestrado.

À Maria José, pela sua dedicação em coordenar o curso com maestria.

Aos parceiros Luciene, Reginaldo, Luana e demais membros da equipe da qualidade da Indústrias Flórida.

À Valéria Dias, que confiou no trabalho e forneceu subsídios para os experimentos e análises.

Ao dedicado Altair e equipe de produção, com apoio constante nos experimentos, bem como ao amigo José Antonio e equipe da plataforma.

À equipe da Indústrias Flórida que participou dos painéis sensoriais e da “saga” em levar as amostras ao laboratório de pesquisa do Instituto.

Ao amigo Revelino, pela preciosa informação sobre o mestrado, quando da sua divulgação.

À equipe do laboratório de pesquisas, que realizou um ótimo trabalho, com muito carinho e dedicação: Márcia Porto, Alcy, Lia e João Pablo.

Aos colegas de curso, pelo companheirismo nas aulas.

À Josete que, além de colega de turma, se tornou uma grande amiga, apoiadora e incentivadora.

À Gisela e Danielle pelo apoio e orientação na interpretação dos resultados.

Ao estimado Paulo de Oliveira, pela colaboração para a análise dos dados.

Muito obrigada!

## RESUMO

O leite condensado é um dos produtos que apresenta maior crescimento em produção no Brasil, favorecendo o desenvolvimento de novas tecnologias e a adaptação de indústrias de médio e pequeno porte para fabricação deste produto. O objetivo central do presente trabalho foi avaliar os atributos de dois processos de fabricação distintos, sendo o primeiro utilizando-se leite fluido e o segundo leite pré-concentrado por osmose reversa, identificando a diferença entre os produtos e o impacto do processo em suas características desejáveis. Os experimentos foram realizados numa indústria da Zona da Mata Mineira, com avaliações físico-químicas e sensoriais. Os produtos foram analisados com 1, 30, 60 e 120 dias de fabricação. Concluiu-se que o leite condensado com osmose não apresentou diferença estatisticamente significativa em comparação ao leite condensado sem osmose e foi possível estabelecer algumas relações entre componentes, com objetivo prático, para definir referências analíticas.

Palavras-chave: leite condensado, osmose, concentração.

## **ABSTRACT**

Condensed milk is a product that which has shown the highest production growth in Brazil, encouraging the development of new technologies and adaptation for small and medium sized plants manufacturing this product. The main objective of this study was to evaluate the attributes of two distinct manufacturing processes, the first using liquid milk and the second using milk, pre-concentrated by reverse osmosis, identifying the difference between the products and the processes' impact the on its desirable characteristics. The experiments were conducted in a plant located in Zona da Mata, Minas Gerais state, Brazil, with physicochemical and sensory assessments. The products were analyzed at 1, 30, 60 and 120 days after the manufacture date. It was concluded that the condensed milk with osmosis did not present statistically significant differences compared to the condensed milk without osmosis and it was possible to establish some relationships among components, with a practical purpose, to define analytical references.

**Keywords:** condensed milk, osmosis, concentration.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Quadro 1- Processos de separação por membranas.....	19
Figura 1 – Módulo de osmose reversa.....	21
Figura 2 - Construção de cartucho de membrana espiral .....	22
Figura 3 - Fluxograma do processo de fabricação de leite condensado .....	25
Quadro 2- Métodos empregados .....	30
Figura 4 - Ficha de avaliação para teste duo-trio.....	33
Figura 5 - Ficha de avaliação para teste de preferência.....	33
Figura 6 - Viscosidade.....	44
Figura 7 - Aw do leite condensado em função do brix.....	47
Figura 8 – Relação entre sólidos solúveis e viscosidade .....	48
Figura 9 – Relação entre tamanho e número de cristais .....	49
Figura 10 – Relação entre sólidos solúveis e número de cristais .....	50
Figura 11 – Relação entre tamanho de cristais e extrato seco total.....	51

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1- Produção de leite condensado no mundo .....	14
Tabela 2- Características do equipamento.....	23
Tabela 3- Temperaturas médias alcançadas durante o processamento.....	28
Tabela 4- Relação de análises realizadas por tipo de amostra.....	30
Tabela 5- Resultados das análises em leite (n = 10).....	35
Tabela 6- Resultados das análises das caldas (n = 10) .....	36
Tabela 8- Composição do leite condensado (n = 10) .....	37
Tabela 9- Resultados médios de atividade de água (n = 10) .....	38
Tabela 10- Resultados médios de teor sólidos solúveis (n = 10) .....	39
Tabela 11- Resultados médios de teor de gordura (n = 10).....	40
Tabela 12- Resultados médios de teor de lactose (n = 10) .....	41
Tabela 13- Resultados médios de teor de proteína bruta (n = 10).....	42
Tabela 14- Resultados médios de teor de caseína (n = 10) .....	42
Tabela 15- Resultados médios de viscosidade (n = 10) .....	43
Tabela 16- Resultados médios do tamanho de cristais (n = 10) .....	45
Tabela 17- Resultados médios do número de cristais (n = 10).....	46
Tabela 18- Relação entre componentes no tempo 1 .....	47
Tabela 19- Resultados do teste duo trio.....	52
Tabela 20- Resultados do teste de preferência .....	53

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

Aw – Atividade de água

CIP – Clean-In-Place

CO – Com Osmose

D – Diálise

ED – Eletrodiálise

EST – Extrato Seco Total

ESD – Extrato Seco Desengordurado

FDA – Food and Drug Administration

HTST – High Temperature Short Time

IDF – International Dairy Federation

MAPA – Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento

MF – Microfiltração

NF – Nanofiltração

OR – Osmose Reversa

PG – Permeação de Gases

PV – Pervaporação

RIISPOA – Regulamento da Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal

SO – Sem Osmose

UF – Ultrafiltração

URSS – União das Repúblicas Socialistas Soviéticas

VOC – Compostos Orgânicos Voláteis

## SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	12
2	REFERENCIAL TEÓRICO.....	14
2.1	Mercado de leite condensado .....	14
2.2	Leite concentrado .....	15
2.3	Leite condensado .....	16
2.4	Sacarose.....	17
2.5	Lactose.....	17
2.6	Filtração por membranas .....	18
2.7	Osmose reversa.....	20
3	MATERIAL E MÉTODOS.....	24
3.1	Processamento do leite condensado .....	24
3.2	Equipamentos utilizados.....	27
3.2.1	Pasteurizador a placas.....	27
3.2.2	Centrífuga .....	27
3.2.3	Osmose reversa.....	27
3.2.4	Concentrador a vácuo .....	27
3.3	Aplicação .....	28
3.4	Amostragem .....	29
3.5	Análises realizadas .....	29
3.6	Métodos analíticos.....	30
3.6.1	Viscosidade.....	31
3.6.2	Atividade de água .....	31
3.6.3	Microscopia .....	31
3.6.4	Sólidos solúveis (Brix) .....	31
3.7	Análises sensoriais.....	32
3.8	Análises estatísticas .....	33
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	35
4.1	Atividade de água .....	38
4.2	Sólidos solúveis .....	39
4.3	Teor de gordura .....	40
4.4	Teor de lactose.....	40

4.5	Teor de proteína bruta.....	41
4.6	Teor de caseína .....	42
4.7	Viscosidade.....	43
4.8	Microscopia .....	45
4.9	Cinzas, EST, Proteína, NCN, Sacarose e Umidade.....	46
4.10	Estudo comparativo da relação entre componentes.....	46
4.10.1	Relação entre sólidos solúveis e $A_w$ .....	47
4.10.2	Relação entre sólidos solúveis e viscosidade .....	48
4.10.3	Relação entre tamanho de cristais e número de cristais .....	49
4.10.4	Relação entre sólidos solúveis e número de cristais.....	50
4.10.5	Relação entre $A_w$ e número de cristais .....	51
4.10.6	Relação entre tamanho de cristais e extrato seco total .....	51
4.11	Sensorial .....	52
4.11.1	Duto trio.....	52
4.11.2	Preferência .....	52
5	CONCLUSÕES .....	54
	REFERÊNCIAS .....	55

## 1 INTRODUÇÃO

O aumento significativo no poder aquisitivo da população brasileira vem permitindo um acesso maior a produtos antes considerados supérfluos ou adquiridos somente em ocasiões especiais, como festas e celebrações. Esta realidade permite à indústria um incremento de sua produção e diversificação da linha de produtos.

A indústria de laticínios se beneficia significativamente desta nova realidade, em especial em produtos antes produzidos em menor escala ou somente por grandes indústrias, como doces, iogurtes e leite condensado.

As tecnologias de processamento vêm sofrendo alterações ao longo dos anos, principalmente quando o objetivo final é aumento de produtividade para atendimento à demanda de mercado.

A origem do leite condensado data de 1820 e desde então o processo de fabricação vem se aperfeiçoando. O uso de leite previamente concentrado está se iniciando no Brasil. A pré-concentração é feita, principalmente, por membranas, por ser um processo que não requer aquecimento, o que contribui para a preservação da funcionalidade das proteínas e para a redução do custo de produção, principalmente quanto ao consumo de vapor.

O uso do leite pré-concentrado ou leite em pó integral ou desnatado permite o incremento de produtividade de equipamentos de concentração a vácuo já instalados, principalmente quando não há condições de ampliação de sua capacidade ou o custo é elevado. A aquisição de uma planta de concentração por membranas pode se mostrar mais acessível às pequenas e médias empresas, em relação a investimentos em novas plantas a vácuo ou ampliação de suas unidades.

Esta foi a alternativa encontrada por uma indústria da Zona da Mata Mineira, que iniciou a utilização do equipamento para concentração do leite por membranas em 2008, sendo este um equipamento de osmose reversa, uma vez que o único objetivo era a eliminação de água do leite.

Após a implantação do equipamento, observou-se uma redução da resistência térmica do leite condensado, com precipitação do produto ao ser levado à ebulição em fogões industriais ou caseiros, para fabricação de doces, como brigadeiro ou recheios para bolos, principais aplicações do produto pelos clientes da empresa.

Este estudo objetivou a avaliação da composição e dos atributos sensoriais de leite condensado utilizando-se os dois processos – com uso de leite pré-concentrado por

membranas, chamado de “com osmose” e com uso de leite fluido, chamado de “sem osmose” ou “tradicional”. Foi realizado um acompanhamento do produto por 120 dias de sua fabricação, prazo este considerado pela indústria com limite máximo de consumo do produto. Pretende-se analisar cada etapa do processo de produção de leite condensado empregando pré-concentração por membranas e os efeitos das variáveis de processo sobre o leite condensado, quando comparado com o produto obtido com o processo tradicional.

Pretende-se ainda avaliar o processo de fabricação de leite condensado pelo processo de pré-concentração por membranas e de seus efeitos sobre as características desejáveis do produto.

A proposta de alterações no processo de pré-concentração por membranas para adequação e produção de leite condensado dentro dos padrões de qualidade será realizada, caso haja conveniência.

## 2 REFERENCIAL TEÓRICO

### 2.1 Mercado de leite condensado

A produção de leite condensado mudou consideravelmente em sua distribuição geográfica durante as últimas três décadas. A produção mundial, que, na década de oitenta, foi dominada pela União Européia, Estados Unidos e a ex-URSS, agora está muito mais dispersa, com contribuições significativas no Extremo Oriente (Malásia, Tailândia, Cingapura e China) e América do Sul (Brasil, Peru e Chile). A FAO estimou a produção mundial de 2009 em cerca de 4,7 milhões de toneladas (IDF, 2010).

De acordo com dados coletados entre os Comitês IDF Nacional e outros entrevistados, a produção de leite condensado vem se reduzindo em alguns países e com pequenos aumentos em outros, como apresentado na Tabela 1.

**Tabela 1-** Produção de leite condensado no mundo

<b>País</b>	<b>2008</b>	<b>2009</b>	<b>Variação (%)</b>
<b>União Européia-27</b>	<b>1.142</b>	<b>1.104</b>	<b>- 3,4</b>
Alemanha	416	421	+ 1,2
Holanda	342	320	- 6,5
Reino Unido	110	104	- 5,1
Bélgica	90	87	- 3,8
Espanha	46	47	+ 0,9
Polônia	37	38	+ 2,7
Grécia	24	23	- 5,4
Lituânia	30	21	- 29,5
França	12	12	+ 0,5
Suécia	4	2	- 41,0
Outros	12	11	- 5,1
<b>América do Sul</b>			
Peru	389	360	- 7,5
Brasil	290	300	+ 3,4
Chile	42	33	- 19,8
Argentina	7	6	- 15,9
<b>Ásia</b>			
China	173	160	- 7,6
Japão	44	46	+ 3,2
República da Coreia	4	4	0,0
<b>América Central</b>			
México	162	162	0,0
<b>Oceania</b>			
Austrália	19	19	0,0

**Fonte:** Adaptada de IDF (2010).

A indústria nacional de laticínios vem aumentando significativamente sua produção nos últimos anos, incentivada pelo aumento das exportações que saltou de sete milhões de toneladas em 1996 para 142 milhões em 2008, sofrendo queda em 2009, para 64 milhões de toneladas, ainda assim com aumento de 814% em relação ao início da avaliação. Neste contexto, a produção de leite condensado também aumentou, sendo não somente exportada, mas também comercializada no mercado interno, principalmente devido ao aquecimento da economia nos últimos anos (SIQUEIRA et al., 2010).

As indústrias brasileiras que produzem leite condensado vêm aumentando, não somente as grandes com maiores volumes, mas as de médio porte, ampliando a linha de produtos, fato observado nas várias novas marcas encontradas no mercado. Muitas delas adaptando equipamentos antes utilizados para outros produtos, como leite em pó ou adquirindo equipamentos de empresas nacionais ou multinacionais.

## **2.2 Leite concentrado**

O uso de leite concentrado para fabricação de derivados lácteos já vem sendo estudado há anos, principalmente com o intuito de redução de custos, como uso de coalho, sal e corantes, para a produção de queijos, sendo em sua maior parte concentrados por ultrafiltração (KOSIKOWSKI, 1973).

Para fabricação de requeijão cremoso com uso de leite ultrafiltrado, é possível a obtenção de produto com características semelhantes ao produzido pelo processo tradicional, ambos processados em panela Stephan VMM/SK-25, sendo o produto fabricado com ultrafiltrado com extrato seco total entre 37,2 e 38,1% o de melhor resultado final (NEVES & DUCRRUET, 1988).

A caseína é extremamente estável a altas temperaturas, sendo resistente a um tratamento de 100 °C por 24 horas sem apresentação de coagulação e resiste a 140 °C por 20 minutos. Estes aquecimentos causam algumas alterações no leite, como produção de ácido a partir da lactose, resultando uma queda do pH e alterações no equilíbrio salino, que causam a precipitação da caseína (FOX & McSWEENEY, 1998).

A concentração dos produtos favorece as modificações das características, alterando as velocidades das reações, e, a vida útil alongada do produto favorece as interações

e dificulta a avaliação, principalmente por ocorrerem simultaneamente (WALSTRA & JANNES, 1984).

Observa-se um ligeiro aumento na concentração de  $\text{Ca}^{2+}$  devido a concentração do leite, pela precipitação do fosfato de cálcio decorrente de sua saturação. A proporção de cátions monovalentes e divalentes aumenta muito. WALSTRA & JANNES (1984) afirma que as micelas de caseína aumentam de tamanho, devido fundamentalmente a sua coalescência e não a inchaço. O aumento de tamanho é menor quando o leite é pré-aquecido até que a maioria das proteínas do soro se associe à caseína.

A concentração do leite aumenta sua densidade, acarretando também o aumento de refração e a redução da condutividade térmica. Quanto menor é a  $A_w$ , maior é sua dependência relativa da temperatura e mais energia é requerida para eliminar a água (WALSTRA & JANNES, 1984).

Estas informações mostram que é exigida maior energia para a obtenção da consistência desejada para a produção de leite condensado, principalmente nas etapas finais da concentração. Assim, quanto menor a resistência térmica das micelas de caseína, maior a possibilidade de precipitação do produto final.

### 2.3 Leite condensado

O leite condensado originou-se durante estudos do francês Nicolas Appert, para desenvolvimento da técnica de conservação de alimentos, através da esterilização em embalagens hermeticamente fechadas, datando esta descoberta de 1820. O produto foi patenteado pelo norte-americano Gail Borden em 1856, que proporcionou seu uso por exércitos em combate. A patente foi registrada já com o uso de equipamento a vácuo para a obtenção do produto (HALLETT & HALLETT, 1997).

No início de sua fabricação, o produto não foi adicionado de açúcar, pois o objetivo central era a conservação do produto. Com o tempo, observou-se que adicionando-se este edulcorante o tempo de vida útil do produto era aumentado, o que hoje sabemos ser devido à redução da atividade de água, dificultando o desenvolvimento de microrganismos deteriorantes.

O leite condensado açucarado é definido pelo *Codex Alimentarius* (1971) como o produto 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 (Gordura do leite – mínimo 8%; Extrato Seco do leite – mínimo 28%; Proteínas do leite no Extrato Seco Desengordurado – mínimo 34%). O conteúdo de gordura e/ou proteína poderá ser ajustado, unicamente para 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 a ser ajustado.

No Brasil o RIISPOA (1952) define leite condensado ou leite condensado com açúcar, “o produto resultante da desidratação em condições próprias do leite adicionado de açúcar”.

Parágrafo único - São fases de fabricação de leite condensado: seleção do 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.

Art. 658 - O leite condensado deve satisfazer às seguintes especificações:

- 1 - Apresentar características organolépticas próprias;
- 2 - Apresentar acidez em ácido láctico, entre 0,08 e 0,16 g% (oito e dezesseis centigramas por cento), quando na diluição de uma parte do produto para 2,5 (duas e meia) partes de água;
- 3 - Apresentar na reconstituição, em volume, uma parte do leite para 2,25 (duas e vinte e cinco centésimos) partes de água, teor de gordura que atinja o limite do padrão de leite de consumo correspondente, tendo 28% (vinte e oito por cento), no mínimo, de extrato seco total do leite e, no máximo, 45% (quarenta e cinco por cento), de açúcar, excluída a lactose.

## 2.4 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).

## 2.5 Lactose

A lactose, principal carboidrato do leite da maioria das espécies de mamíferos, é um dissacarídeo redutor, composto de galactose e glicose ligados por uma ligação  $\beta$ -1,4-

glicosídica. Sua concentração varia de 4,5 a 5,0% m/v, e o leite é a única fonte conhecida significativa de lactose (MCSWEENEY & FOX, 2009).

A cristalização da lactose tem grande importância prática, pois alguns produtos concentrados podem sofrer este processo (WALSTRA & JANNES, 1984), podendo se tornar um defeito na fabricação, quando ultrapassam o tamanho que pode ser percebido ao paladar - 16  $\mu\text{m}$  (HOLSINGER, 1997).

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

O solvente e a presença de sais ou sacarose influenciam na solubilidade da lactose, como é o caso do produto estudado. A solubilidade relativa da lactose em soluções com sacarose, a 25 °C, como concentração de sacarose de 40% é de 74,5% e de 50% a solubilidade relativa é de 63,0% (NIKERSON & MOORE, 1972).

## **2.6 Filtração por membranas**

O processo de utilização de membranas teve início no século XVIII. Em 1748 Abbé Nolet usou o termo osmose para descrever a infiltração da água por um diafragma. Somente em 1960 iniciou-se um uso laboratorial e industrial, com uma indústria muito modesta nos Estados Unidos, acarretado principalmente por não serem muito confiáveis, processo ainda era muito lento, altamente seletivo e de alto custo. Nos últimos trinta anos apresentaram-se com mais soluções para o uso das membranas, fato que levou ao uso corriqueiro nas indústrias (BAKER, 2004).

Na década de 50 iniciou-se nos Estados Unidos um projeto de pesquisa em dessalinização de águas que originou algumas descobertas que aumentaram o interesse no uso da filtração por membranas em nível industrial. Membranas homogêneas de acetato de celulose, quando utilizadas para osmose inversa, podiam apresentar retenção salina elevada, por Reid e Breton; e os pesquisadores Loeb e Sourirajan aperfeiçoaram uma técnica de preparo da membrana – técnica de inversão de fase por imersão-coagulação – aumentando

muito o fluxo permeado de água, mantendo elevada a retenção de sais (HABERT et al., 2006).

As membranas são utilizadas para diversas separações: de misturas de gases e vapores, líquidos miscíveis (misturas de compostos orgânicos e aquosos / misturas orgânicas) e sólido / líquido e dispersões de sólidos dissolvidos e solutos em líquidos. Os principais usos de membrana de separação na indústria são apresentados no Quadro 1.

**Quadro 1-** Processos de separação por membranas

PROCESSO	MATERIAL RETIDO	MATERIAL QUE PERMEIA	APLICAÇÕES
Microfiltração (MF)	Material em suspensão, bactérias. Massa molar > 500kDa (0,01 $\mu$ m).	Água e sólidos dissolvidos.	Esterilização bacteriana; clarificação vinhos e cervejas; concentração de células; oxigenação de sangue.
Ultrafiltração (UF)	Colóides, macromoléculas. Massa molar > 5.000 Da.	Água (solvente), sais solúveis de baixa massa molar.	Fracionamento / concentração de proteínas, recuperação de pigmentos / óleos.
Nanofiltração (NF)	Moléculas de massa molar. Média 500 < MM < 2.000 Da.	Água, sais e moléculas de baixa massa molar.	Purificação de enzimas; bioreatores a membrana.
Osmose Reversa (OR)	Todo material solúvel ou sem suspensão.	Água (solvente).	Dessalinização de águas; concentração de suco de frutas; desmineralização de águas.
Diálise (D)	Moléculas de massa molar > 5.000 Da.	Íons e orgânicos de baixa massa molar.	Hemodiálise; rim artificial; recuperação de NaOH.
Eletrodiálise (ED)	Macromoléculas e compostos não iônicos.	Íons.	Concentração soluções salinas; purificação de águas.
Permeação de Gases (PG)	Gás menos permeável.	Gás mais permeável.	Recuperação de hidrogênio; separação CO <sub>2</sub> / CH <sub>4</sub> ; fracionamento do ar.
Pervaporação (PV)	Líquido menos permeável.	Líquido mais permeável.	Desidratação de alcoóis; eliminação de Compostos Orgânicos Voláteis (VOC) da água.

Fonte: Adaptado de HABERT et al. (2006).

A indústria de lácteos foi beneficiada com o uso das membranas, tanto para separação de sólido-líquido quanto líquido-líquido, tendo sido desenvolvido em 1969 o primeiro processo de fabricação do queijo Camembert a partir de leite concentrado por ultrafiltração, por Moubouis, Macquot e Vassal (POULIOT, 2008).

Nos Estados Unidos o processo é amplamente utilizado nas propriedades produtoras de leite, para redução de custo de transporte da matéria-prima. Ou seja, o produto

concentrado é utilizado para qualquer produto lácteo, após as devidas adequações do processo produtivo (FLEMING, 1999).

Como o processo é realizado a baixa temperatura, o FDA certificou a tecnologia após uma revisão extensa para certificação de que a concentração do leite não traria impacto na carga bacteriana do leite. Ao contrário do tratamento convencional da membrana, que envolve a recirculação, o leite flui através do sistema de serpentina em uma única passagem, conforme exigido pelo referido órgão. Como o leite não é pasteurizado, o sistema é mantido abaixo de 45 °C para evitar o crescimento de microrganismos patogênicos. A primeira unidade foi construída e começou a produção comercial em 1997, na cidade de Lake Arthur, Novo México (MERMELSTEIN, 2002).

A extração de água do leite através do processo de filtração por membranas traz muitas vantagens para a indústria, não só na redução dos custos de transporte, mas também pela redução do consumo de insumos para o processamento do leite, como energia e vapor.

A fase que atravessa a membrana é chamada de permeado e a que se mantém retida pela membrana – enriquecida em um ou mais componentes – trata-se do retentado ou concentrado (LEITE et al., 2006).

Atualmente, 40% das membranas em uso estão nas indústrias de laticínios no mundo, sendo 10% dessas utilizadas para padronização do teor de proteína nos produtos lácteos (DAUFIN et al., 2001). Os tipos de filtração utilizados com maior frequência são UF e OR.

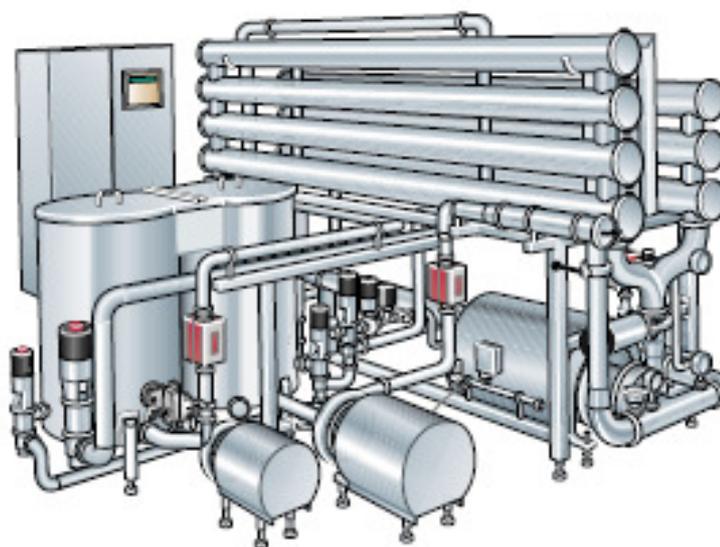
A UF é um processo de separação em fase líquida, por permeação, através de uma membrana seletiva que permitem a seleção dos componentes de um líquido em função de seu tamanho molecular, sob ação de um gradiente de pressão (NEVES & DUCRRUET, 1988). Este processo se aplica em concentração de proteínas de soro de leite, desmineralização e concentração de gelatinas e clarificação de sucos de frutas (GEA FILTRATION, 2005).

Existem diferentes configurações dos módulos de filtração, como: placa (UF e OR), tubular, à base de polímeros (UF e OR), tubular com base em cerâmica (MF e UF), espiral (OR, NF e UF) e de fibra oca (UF) (BYLUND, 1995).

## **2.7 Osmose reversa**

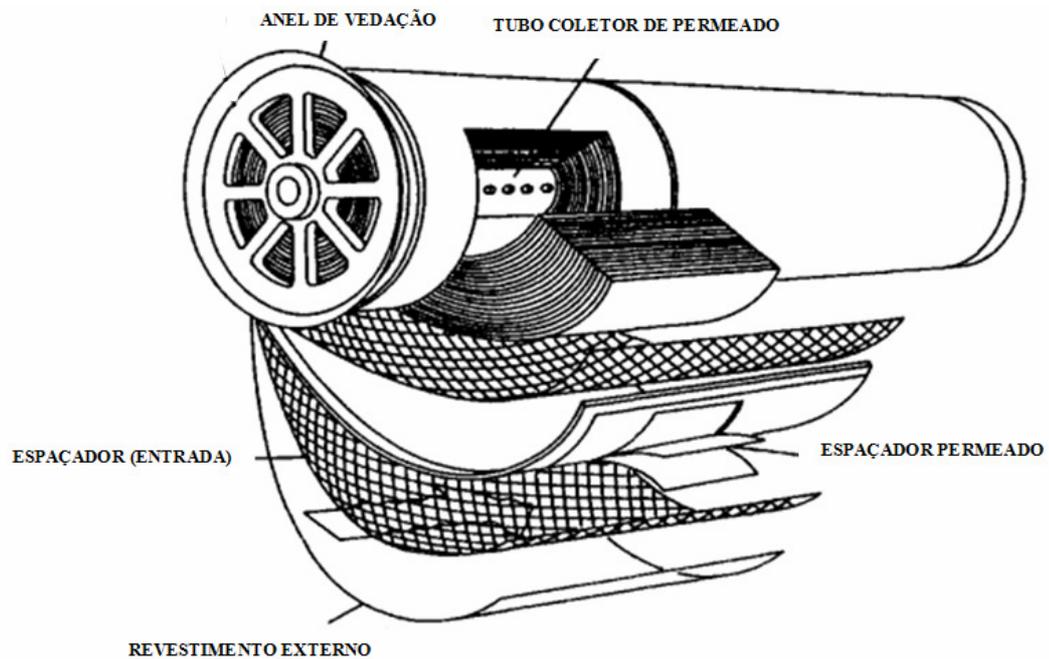
A osmose reversa é um processo de dessalinização de água utilizando membranas que são permeáveis à água, mas essencialmente impermeável ao sal (BAKER, 2004), sendo utilizado para remoção de água por alta pressão, para concentração de outras soluções com componentes de baixo peso molecular, ou clarificação de efluentes, com alta eficiência energética.

Este sistema se diferencia da ultrafiltração pelo tipo distinto de membrana empregado e na pressão aplicada muito maior. Ela não age como um filtro, mas como uma substância onde a água pode dissolver-se e passar por ele, diferente dos solutos. Mas o permeado não é água pura, contendo alguns sais, ácidos orgânicos, uréia e outras moléculas pequenas, mas a perda de substâncias voláteis é muito menor em comparação à evaporação (WALSTRA & JANNES, 1984). A Figura 1 mostra uma ilustração de um equipamento, com a composição do painel de controle, bombas, tanques de equilíbrio e módulos de membranas.



**Figura 1 – Módulo de osmose reversa**  
Fonte: BYLUND (1995).

A membrana espiral tem a construção compacta e grande área efetiva de membrana por elemento – apresentada na Figura 2 –, tornando-as soluções de alto custo-benefício em aplicações de grande vazão e quantidades mínimas ou nulas de sólidos suspensos, oferecendo baixo investimento e baixo custo com energia (GEA FILTRATION, 2005).



**Figura 2 - Construção de cartucho de membrana espiral**  
**Fonte:** NOBLE & STERN (1995).

O uso de osmose reversa para concentração de leite desnatado em conjunto com concentração por vácuo foi testado em estudo econômico financeiro, mostrando se tratar de um método viável para redução do consumo de energia, comparando-se a mesma taxa de concentração sendo realizada somente com múltiplo efeito. A redução da exigência de energia foi de 54% (STABILE, 1983). A membrana mais comumente usada para OR é fabricada em à base de polímeros.

O equipamento de filtração por Osmose Reversa consiste em um sistema de membranas semipermeáveis, por onde passa o produto a ser concentrado, obtendo-se o retentado (leite concentrado) e o permeado. O equipamento funciona a alta pressão, sendo esta gerada por bombas positivas. Características detalhadas são apresentadas na Tabela 2.

Para tal processo é necessária a pasteurização do leite, para que sejam eliminadas bactérias deteriorantes, que poderiam aumentar suas contagens durante a concentração nas membranas o que, além de favorecer a deterioração do leite também reduz a vida útil das membranas, conforme orientação do fabricante.

**Tabela 2-** Características do equipamento

<b>Característica</b>	<b>Valor</b>
Vazão de alimentação	10.000 L/h
Vazão de retentado	6.256 L/h
Vazão de permeado	3.744 L/h
Fator de concentração	~1,60x (v/v)
Temperatura de alimentação	10 °C
Temperatura de saída	10 °C
Tempo de operação com leite integral	18 horas
Tempo de CIP para leite integral	6 horas

**Fonte:** Tetra Pak, 2008.

A água utilizada para limpeza do equipamento tem um alto custo também, não só pelo pagamento à concessionária ou tratamento próprio, quando for o caso, mas devido à exigência de utilização de água desmineralizada para preservação das membranas. Para a desmineralização da água é necessário um sistema de resinas específico (aniônica e catiônica), além do filtro de carvão ativado. Este equipamento necessita também de um tratamento a cada determinado volume – conforme sua capacidade – para a regeneração das resinas e manutenção da qualidade da água.

### 3 MATERIAL E MÉTODOS

O delineamento experimental foi realizado nos setores de recepção, pré-concentração de leite, produção de leite condensado e controle de qualidade da empresa Indústrias Flórida Ltda., situada em Juiz de Fora, Zona da Mata de Minas Gerais, com utilização da formulação regular da indústria para os processamentos de leite condensado, com o intuito de manter as características originais do produto em processo e comercialização pela indústria.

O termo leite condensado aqui será usado para referenciar leite condensado açucarado.

#### 3.1 Processamento do leite condensado

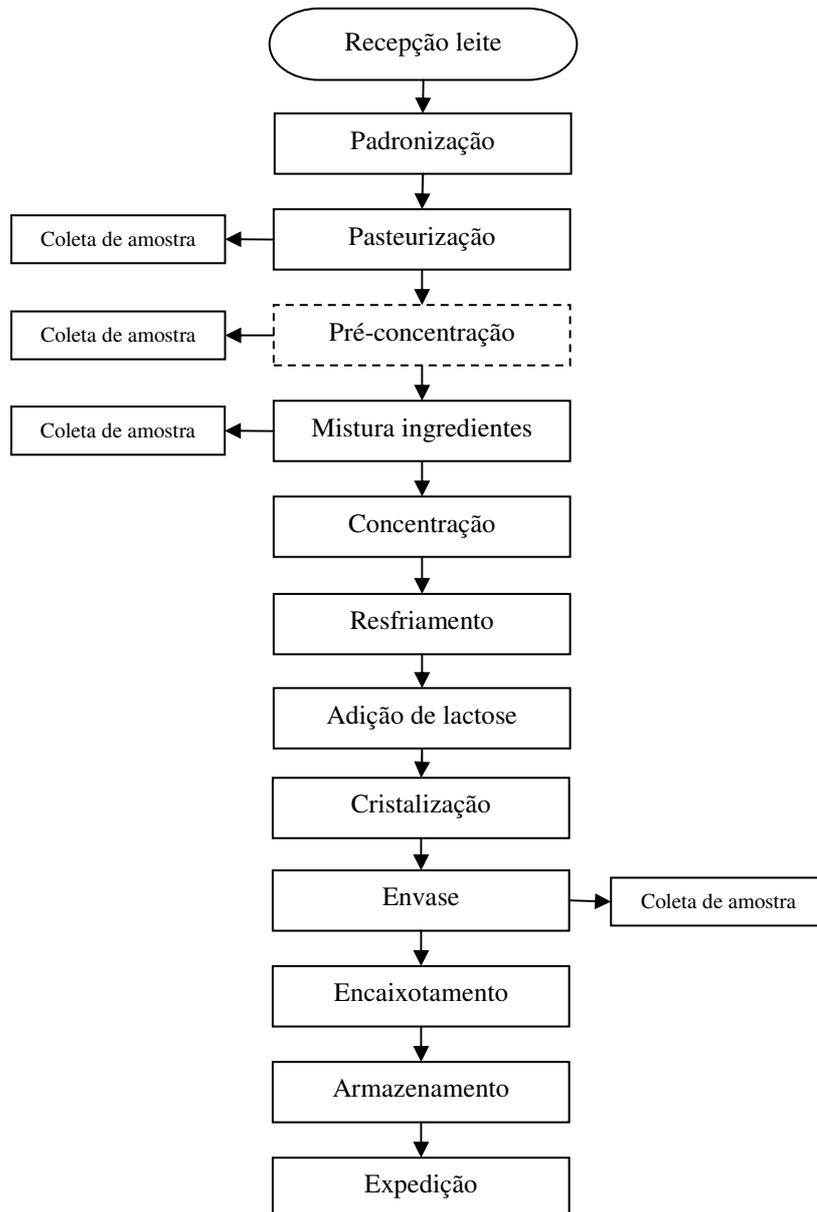
A Figura 3 mostra o fluxograma do processo de fabricação do leite condensado, utilizado pela indústria. A etapa de pré-concentração, marcada em linha pontilhada, pode ser suprimida do processo.

O leite recebido na indústria é analisado antes do descarregamento, sendo resfriado e estocado em tanques isotérmicos, mantido sob agitação controlada. O volume a ser concentrado é tratado termicamente, com processamento HTST (High Temperature Short Time) – 72 a 75 °C durante 15 a 20 segundos – e mantido a 7 °C ( $\pm 1$  °C). É bombeado do tanque de estocagem para o tanque de equilíbrio do módulo de filtração. Do tanque de equilíbrio um conjunto de bombas (instaladas em série) recalca e eleva a pressão de recirculação do produto nas unidades (*loops*) de filtração. Na unidade de filtração outra bomba recalca o produto nas membranas – uma das características da osmose reversa é a necessidade da alta pressão de trabalho com a utilização de bombas em série.

Para controle de vazão e pressão, as bombas principais são controladas por inversor de frequência. Um medidor de vazão indica e controla o fluxo correto a ser bombeado na planta.

O leite passa através das membranas, com separação de permeado e de retentado. O retentado é retirado, ou retorna para o tanque de equilíbrio, no caso de recirculação ou CIP. Válvulas de controle de vazão e de fechamento possibilitam a manobra do fluxo. Um medidor

de vazão indica o valor do retentado que sai, para obter a relação de concentração: entrada x concentrado.



**Figura 3** - Fluxograma do processo de fabricação de leite condensado

**Sendo:** processo sem osmose, suprime-se a caixa pontilhada (pré-concentração). Processo com osmose inclui a etapa de pré-concentração.

Cada membrana tem uma determinada temperatura de trabalho. Durante o processo de recirculação e filtração a energia das bombas de recalque são passadas para a

parte líquida com conseqüente aquecimento. Ultrapassando um limite de temperatura, pode ocorrer a diminuição do rendimento do fluxo de passagem pela membrana e até danificar definitivamente (derretimento) as partes internas da membrana. Para isto há um trocador de calor tubular para resfriamento da solução, através da água gelada, controlada automaticamente por válvula termostática.

As tecnologias de processamento descritas em literatura indicam a realização de pré-aquecimento do leite antes da adição do açúcar. No processo industrial estudado, a mistura é realizada a frio, sendo a calda (mistura do leite padronizado ou pré-concentrado ao açúcar, antes da concentração a vácuo) estocada e utilizada posteriormente, quando então sofrerá o aquecimento antes da entrada no concentrador a vácuo. A calda é mantida a baixa temperatura por períodos que variam de uma até 4 horas.

A concentração a vácuo é realizada continuamente, em concentrador já descrito, com acompanhamento da viscosidade e adição da lactose, previamente esterilizada. O resfriamento se dá em equipamento também a vácuo, chamado de *flash cooler*, seguido da adição de lactose, em tanque de dosagem.

A etapa de cristalização é realizada em tanques com agitação controlada e temperatura registrada, para a garantia de sua eficiência. Quatro horas após o início da cristalização, no mínimo, o produto é envasado em latas de folha de flandres, em processo automatizado, seguido pelo acondicionamento em caixas de papelão, sendo paletizadas e identificadas. Após a liberação do setor da qualidade, o produto é expedido ao mercado em caminhões próprios.

Foram realizadas dez fabricações de leite condensado: cinco com utilização de leite com 12,1% m/v de sólidos totais e cinco com utilização de leite pré-concentrado, com fator de concentração de 1,5 ( $\pm 0,1$ ). Os processamentos foram realizados entre os dias 09 de junho e 22 de julho de 2010.

As produções foram realizadas com leite de conjunto recebido na plataforma da empresa, sendo realizada uma mistura de várias procedências e reservado o volume necessário para as duas variações, após sua padronização do teor de gordura, partindo-se assim da mesma matéria prima. No chamado processamento 1 foram realizadas as produções de leite condensado sem osmose e com osmose, assim como nos demais dias de processamento.

O leite condensado foi produzido com adição de sacarose e lactose como ingredientes, sendo ambos de uma mesma safra para todas as fabricações. A lactose micronizada foi tratada termicamente previamente a 80 °C ( $\pm 2$  °C) / 15 minutos, de forma que não se encontrou contagem de microrganismos após este processo.

## **3.2 Equipamentos utilizados**

### **3.2.1 Pasteurizador a placas**

O trocador de energia na forma de calor a placas utilizado para a pasteurização do leite com capacidade para 15.000 L/h, fabricado por Inoxil®.

### **3.2.2 Centrífuga**

Equipamento utilizado para padronização do teor de gordura do leite, do fabricante Westfalia®, auto limpante, com capacidade para 10.000 L/h.

### **3.2.3 Osmose reversa**

Sistema de filtração por osmose reversa – Tetra Alcross® RS 2x8-3/3 s4 concentração de leite integral ou soro doce previsto para operar com 10.000 L/h de alimentação, com temperatura de entrada máxima de 10 °C, visando maior economia operacional e qualidade de produto. Equipamento produzido em aço inoxidável AISI 316, com área total de membranas 835 m<sup>2</sup>.

### **3.2.4 Concentrador a vácuo**

O concentrador utilizado no experimento é um equipamento de fabricação Biasinox®, contendo dois efeitos tubulares, de película descendente. Contém dois trocadores de calor tubulares, com 5 tubos de 1 ¼” de 6 m de comprimento cada, trabalhando em série. A

retenção do tratamento térmico é constituída por tubos de 6" e 6 m de comprimento onde o produto é mantido a 102 °C por aproximadamente 1 minuto e 22 segundos.

Dois tanques de retardo possibilitam o alcance da viscosidade desejada no produto (entre 3,0 e 5,0 Pa.s), com capacidades de 3.000 e 2.200 kg cada um, trabalhando em série.

O resfriamento do produto é feito em *flash cooler*, com duas câmaras de resfriamento a vácuo, que permite uma pequena remoção de água do produto, auxiliando na complementação de sua concentração.

A Tabela 3 apresenta as temperaturas médias obtidas no processamento do leite condensado, considerando-se operação normal.

**Tabela 3-** Temperaturas médias alcançadas durante o processamento

Ponto de medição	Temperatura (°C)
Entrada da mistura de leite e açúcar no primeiro pré-aquecedor	14
Saída de mistura do primeiro pré-aquecedor	45
Saída de mistura do segundo pré-aquecedor	70
Saída de mistura do terceiro pré-aquecedor	90
Saída do trocador de energia na forma de calor tubular	102
Separador do primeiro efeito	84
Separador do segundo efeito	56
<i>Flash cooler</i> segundo estágio	27
Saída do <i>flash cooler</i>	19
Tanque de adição de lactose	20
Tanques de cristalização	20

### 3.3 Aplicação

A concentração do leite anterior ao processo de fabricação consiste em passar o leite, padronizado a 3,2% m/v de gordura ( $\pm 0,1\%$ ) e pasteurizado, pelo equipamento de osmose reversa, aumentando o teor de sólidos. O objetivo é aumentar o teor de sólidos totais em 55% ( $\pm 5$ ), o que aumenta a capacidade do equipamento de concentração a vácuo em aproximadamente 62%, possibilitando redução de tempo de processo, conforme testes realizados na indústria.

### 3.4 Amostragem

Em cada processamento foram coletadas amostras de: leite padronizado e pasteurizado, leite pré-concentrado, calda tradicional e calda com osmose, em frascos identificados, previamente higienizados e secos, sempre em duplicata, com volume de 300 mL cada. Cinco amostras de leite condensado sem osmose e cinco com osmose após o envase também foram coletadas, com cinco quilos cada, também em duplicata.

As amostras de leite (padronizado e pré-concentrado), calda (tradicional e com osmose) e uma de leite condensado foram enviadas ao Laboratório de Pesquisas Físico-Químicas da EPAMIG/Instituto de Laticínios Cândido Tostes. As demais amostras foram reservadas na própria indústria, em temperatura ambiente, para análises com 1, 30, 60 e 120 dias (físico-químicas, microscópicas e sensoriais). Em cada tempo foram realizadas as análises sensoriais na Indústrias Flórida, e enviadas ao Laboratório de Pesquisas Físico-Químicas da EPAMIG/Instituto de Laticínios Cândido Tostes, para as análises físico-químicas e microscópicas.

### 3.5 Análises realizadas

As análises foram realizadas nos Laboratórios de Físico-Química e de Análises Sensoriais da Indústrias Flórida Ltda. e no Laboratório de Pesquisas Físico-Químicas da EPAMIG/Instituto de Laticínios Cândido Tostes, todos em Juiz de Fora.

Foram analisadas amostras de leite padronizado, leite concentrado, calda tradicional, calda com leite pré-concentrado, leite condensado sem osmose e leite condensado com osmose, com 1, 30, 60 e 120 dias (Tabela 4), abrangendo análises físico-químicas, microscópicas e sensoriais. Para as análises sensoriais contou-se com 30 provadores não treinados.

**Tabela 4-** Relação de análises realizadas por tipo de amostra

Análises	Leite pasteurizado e pré- concentrado	Calda tradicional e com osmose	Leite condensado sem osmose e com osmose			
			1 dia	30 dias	60 dias	120 dias
Teor de gordura	X	X	X	X	X	X
Teor de nitrogênio total	X	X	X	X	X	X
Teor de nitrogênio não caseínico	X	X	X	X	X	X
Teor de nitrogênio não protéico	X	X	X	X	X	X
Teor de lactose	X	X	X	X	X	X
Teor de cinzas	X	X	X	X	X	X
Viscosidade			X	X	X	X
Microscopia			X	X	X	X
Teste de preferência			X	X	X	X
Teste duo-trio			X	X	X	X
Atividade de água			X	X	X	X
Teor de sólidos totais	X	X	X	X	X	X
Sólidos solúveis (Brix)		X	X	X	X	X
Teor de sacarose		X	X	X	X	X

### 3.6 Métodos analíticos

Os métodos empregados para as análises laboratoriais estão apresentados no Quadro 2. Alguns métodos estão detalhados em seguida, para melhor entendimento do trabalho realizado.

**Quadro 2-** Métodos empregados

Análise	Método	Referência
Teor de gordura	Butirométrico	PEREIRA, et al. (2001)
Teor de nitrogênio total	Kjeldahl	IDF (2001)
Teor de nitrogênio não caseínico	Kjeldahl	IDF (2001)
Teor de nitrogênio não protéico	Kjeldahl	IDF (2001)
Teor de lactose e sacarose	Cloramina-T	PEREIRA et al. (2001)
Teor de cinzas	Eliminação da matéria orgânica a temperatura de 550°C	BRASIL (2006)
Sólidos totais	Gravimétrico de estufa	BRASIL (2006)
Viscosidade	Viscosímetro rotativo	PERRONE (2008)
Atividade de água	Aqualab	PERRONE (2008)
Microscopia	MSI Ima Win	MARTINEZ, et al. (1990)
Sólidos solúveis (Brix)	Refratométrico	-
Sensorial	Teste de Preferência	BRASIL (2008)
	Teste Duo-trio	BRASIL (2008)

### **3.6.1 Viscosidade**

A viscosidade obtida pelo método do viscosímetro baseia-se na resistência ao movimento giratório de uma agulha, tendo sido utilizado o viscosímetro rotativo microprocessado modelo Q860M21, marca Quimis. O rotor utilizado na determinação da viscosidade foi escolhido de acordo com a viscosidade da amostra utilizada e a especificação de leitura do equipamento (a leitura deve se aproximar da escala em 50%, segundo manual do equipamento e orientação do fabricante).

### **3.6.2 Atividade de água**

A atividade de água foi medida no equipamento Aqualab série 3, marca Decagon, conforme procedimento do próprio equipamento (descrição do fabricante).

### **3.6.3 Microscopia**

As visualizações foram realizadas em microscópio óptico modelo Microscópio Trinocular Nova Optical Systems NOVA 107-T. A determinação do número e do tamanho dos cristais de lactose ocorreu por meio do programa MSI Ima Win, empregando a técnica descrita por MARTINEZ et al. (1990).

### **3.6.4 Sólidos solúveis (Brix)**

O equipamento mais utilizado é o denominado Refratômetro de Abbé. Sua utilização é simples, devendo apenas ser calibrado com água destilada antes das determinações.

A determinação dos sólidos solúveis em leite condensado foi realizada com a utilização de refratômetro manual, marca Instrutherm®, modelo RT-82, escala 45 a 82 °Brix, seguindo-se o procedimento descrito a seguir:

- adicionar pequena quantidade de amostra sobre o prisma;
- abaixar a tampa do refratômetro manual; e
- fazer leitura dos sólidos solúveis diretamente na escala do refratômetro.

O valor obtido da leitura é expresso em % de sólidos solúveis ou °Brix.

### 3.7 Análises sensoriais

O leite condensado foi submetido à análise sensorial com 1, 30, 60 e 120 dias de fabricação. As avaliações sensoriais realizadas foram baseadas nos testes: discriminativo duo-trio e afetivo de preferência. Foram formadas equipes aleatórias a cada avaliação, com 30 provadores não treinados.

As amostras foram servidas aos julgadores em copos plásticos de 50 mL, e pás plásticas, codificadas com 3 dígitos obtidos de uma tabela de números aleatórios.

O teste duo-trio foi utilizado para o leite condensado, com o intuito de avaliar a capacidade de provadores não treinados em perceber a diferença entre as variações do processo – com osmose e sem osmose – sendo a referência (R) o leite condensado sem osmose. Foram apresentadas a amostra R e duas amostras codificadas, sendo uma delas idêntica ao padrão. Coube ao julgador identificar a amostra igual ao padrão, utilizando-se a ficha apresentada na Figura 4. A escolha é forçada, apresentando uma probabilidade de acerto de 50% ( $p = 1/2$ ).

Já o teste de preferência foi usado em brigadeiro, preparado somente com leite condensado, sem adição de qualquer outro ingrediente. Em todas as avaliações foi preparado com 500 mL de leite condensado, aquecido lentamente, mexendo-se constantemente, para evitar queima do produto, o que poderia interferir no resultado dos provadores. Foram empregados os mesmos utensílios (fogão, colher, panela e medidor) e os cozimentos foram feitos sempre pelo mesmo operador. O tempo de aquecimento variou de 10 a 12 minutos.

Neste teste o provador manifesta sua preferência em relação ao produto oferecido, com a utilização da ficha mostrada na Figura 5. As amostras são apresentadas aleatoriamente,

orientando-se o provador a experimentar as amostras sempre com intervalo de enxágue da boca com água.

AVALIAÇÃO DE LEITE CONDENSADO	
Data: ____ - ____ - _____	
Você está recebendo 3 amostras, uma padrão (P) e duas codificadas. Deguste cuidadosamente primeiro a amostra Padrão e, em seguida, as duas codificadas. Compare o sabor das codificadas com a amostra padrão. Anote o código da amostra que possui sabor igual à amostra Padrão, independente de sua preferência.	
	

**Figura 4** - Ficha de avaliação para teste duo-trio  
Fonte: BRASIL (2008).

AVALIAÇÃO BRIGADEIRO BRANCO	
Data: ____ - ____ - _____	
Por favor, deguste primeiro a amostra da esquerda, enxágue a boca após a avaliação, espere trinta segundos. Circule o código da amostra de sua preferência.	
	

**Figura 5** - Ficha de avaliação para teste de preferência  
Fonte: BRASIL (2008).

### 3.8 Análises estatísticas

Todos os dados foram tabulados em planilha eletrônica e analisados estatisticamente por meio de programa apropriado SISVAR (FERREIRA, 2000). Foram realizadas análises de variância, análises de médias pelo método de Tukey a 5%, regressões linear e polinomial.

Os resultados obtidos nas análises foram estudados por meio do coeficiente de correlação e da regressão, com o intuito de concluir sobre a diferenciação entre os dois

processos de fabricação de leite condensado – com uso de leite pré-concentrado por membranas, chamado de “com osmose” e com uso de leite fluido, chamado de “sem osmose”.

#### 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

O leite utilizado nas dez fabricações – 2 tratamentos com 5 repetições – foi obtido através da mistura de leite de várias procedências, reservando-se o volume necessário para as duas variações (com e sem osmose), após sua padronização do teor de gordura, partindo-se assim da mesma matéria prima. Não houve seleção prévia de propriedades produtoras específicas, com o intuito de reproduzir a situação diária industrial.

O fator de concentração médio encontrado foi de 1,5 ( $\pm 0,1$ ), levando-se em consideração os constituintes analisados.

Os resultados físico-químicos médios, desvios padrão e coeficientes de variação do leite de cada repetição estão apresentados na Tabela 5.

Para o cálculo de proteína bruta, utilizaram-se os resultados obtidos em Nitrogênio Total e multiplicou-se por 6,38.

**Tabela 5-** Resultados das análises em leite (n = 10)

ANÁLISES	ANTES DA OSMOSE			APÓS A OSMOSE		
	MÉDIA $\pm$ DESVIO PADRÃO	CV (%)		MÉDIA $\pm$ DESVIO PADRÃO	CV (%)	
Cinzas (% m/v)	0,69 $\pm$ 0,06	9,22		1,13 $\pm$ 0,04	3,46	
Extrato Seco Total (% m/v)	12,29 $\pm$ 0,32	2,62		18,75 $\pm$ 0,64	3,39	
Gordura (% m/v)	3,26 $\pm$ 0,23	7,06		4,94 $\pm$ 0,24	4,88	
Lactose (% m/v)	4,90 $\pm$ 0,21	4,19		7,54 $\pm$ 0,40	5,25	
Proteína Bruta (% m/v)	3,25 $\pm$ 0,35	10,82		5,14 $\pm$ 0,46	8,87	
Proteína (% m/v)	3,05 $\pm$ 0,34	11,22		4,88 $\pm$ 0,47	9,57	
Caseína (% m/v)	2,50 $\pm$ 0,33	13,13		4,06 $\pm$ 0,37	9,09	
NCN <sup>1</sup> (% m/v)	0,12 $\pm$ 0,02	18,82		0,17 $\pm$ 0,02	9,81	
NPN <sup>2</sup> (% m/v)	0,11 $\pm$ 0,02	20,72		0,15 $\pm$ 0,03	18,56	

**Sendo:** <sup>1</sup>NPN: Compostos Nitrogenados Não-Protéicos, <sup>2</sup>NCN: Nitrogênio Não Caseínico.

Os resultados obtidos de proteína e extrato seco desengordurado (ESD = EST - Gordura) demonstram que o leite atendeu às exigências da Instrução Normativa 51 (BRASIL, 2002), em todos os atributos. O teor médio de caseína encontrado está em consonância ao

indicado por WALSTRA & JENNESS (1984), de 80% do teor de proteína bruta, tendo-se encontrado 82%.

Os resultados médios das análises físico-químicas das caldas são apresentados na Tabela 6, contendo também os desvios padrão e seus respectivos coeficientes de variação.

**Tabela 6-** Resultados das análises das caldas (n = 10)

ANÁLISES	SEM OSMOSE		COM OSMOSE	
	MÉDIA ± DESVIO PADRÃO	CV (%)	MÉDIA ± DESVIO PADRÃO	CV (%)
Sólidos Solúveis (°Brix)	25,46 ± 1,41	5,54	33,86 ± 0,63	1,86
Cinzas (% m/v)	0,60 ± 0,04	6,43	0,87 ± 0,05	5,25
Gordura (% m/v)	2,75 ± 0,24	8,53	4,08 ± 0,13	3,20
Lactose (% m/v)	4,49 ± 0,24	5,39	6,43 ± 0,42	6,47
Proteína Bruta (% m/v)	3,12 ± 0,53	16,86	4,38 ± 0,38	8,65
Proteína (% m/v)	2,92 ± 0,54	18,37	4,15 ± 0,37	8,80
Caseína (% m/v)	2,49 ± 0,49	19,58	3,51 ± 0,29	8,12
NCN <sup>1</sup> (% m/v)	0,10 ± 0,02	15,39	0,14 ± 0,02	12,18
NPN <sup>2</sup> (% m/v)	0,11 ± 0,02	14,59	0,13 ± 0,03	20,14

**Sendo:** <sup>1</sup> NCN: Nitrogênio Não Caseínico.

<sup>2</sup> NPN: Compostos Nitrogenados Não-Protéicos.

Na Tabela 7 encontram-se os resultados médios das análises físico-químicas no leite condensado, nos tempos estudados.

Os resultados médios obtidos na composição do leite condensado com um dia de fabricação são encontrados na Tabela 8. Em paralelo, observam-se a composição prevista no *Codex Alimentarius* (1971) e o preconizado pelo MAPA (1952).

No caso do teor de gordura, considerou-se o padrão de 3,0% m/v mínimo do leite, para obter-se o valor nominal indicado pelo MAPA, uma vez que a referência é indireta (Apresentar na reconstituição, em volume, uma parte do leite para 2,25 partes de água, teor de gordura que atinja o limite do padrão de leite de consumo correspondente). Os resultados obtidos para as duas variações de leite condensado encontram-se dentro do padrão. Os demais atributos apresentam-se também conforme as referidas legislações.

**Tabela 7- Resultados médios das análises em leite condensado (n = 10)**

ANÁLISES	1 DIA		30 DIAS		60 DIAS		120 DIAS	
	SO <sup>1</sup>	CO <sup>2</sup>						
Aw	0,861	0,859	0,862	0,862	0,861	0,862	0,860	0,862
Sólidos Solúveis (°Brix)	69,0	69,4	68,6	68,3	68,9	68,7	68,6	68,6
Cinzas (% m/m)	1,76	1,85	1,68	1,73	1,89	1,84	1,79	1,90
Extrato Seco Total (% m/m)	71,36	71,52	71,37	71,49	70,88	71,35	72,66	73,07
Gordura (% m/m)	7,30	7,50	7,30	7,10	7,00	7,40	7,40	7,65
Lactose (% m/m)	12,25	12,55	12,66	12,86	12,33	13,01	12,55	12,94
Proteína Bruta (% m/m)	7,71	7,90	7,11	6,89	7,02	7,01	7,35	7,76
Proteína (% m/m)	7,28	7,50	6,75	6,54	6,68	6,60	6,93	7,32
Caseína (% m/m)	7,03	7,21	6,47	6,26	6,29	6,44	6,73	7,11
NCN <sup>3</sup> (% m/m)	0,108	0,108	0,101	0,100	0,115	0,090	0,097	0,101
NPN <sup>4</sup> (% m/m)	0,248	0,224	0,205	0,202	0,196	0,233	0,237	0,248
Sacarose (% m/m)	41,66	40,73	44,01	43,50	42,79	42,34	42,26	40,97
Umidade (%m/m)	28,64	28,48	28,63	28,51	29,12	28,65	27,34	26,93
Viscosidade <sup>5</sup> (Pa.s)	2,08	2,30	2,99	3,12	3,11	3,32	3,85	4,69
Tamanho de Cristais (µm)	13,17	13,50	14,93	15,74	15,48	16,82	16,53	17,97
Número de Cristais (x 10 <sup>6</sup> /g)	562	534	592	575	581	536	424	407

**Sendo:** <sup>1</sup> SO: Sem Osmose, <sup>2</sup> CO: Com Osmose, <sup>3</sup> NCN: Nitrogênio Não Caseínico, <sup>4</sup> NPN: Compostos Nitrogenados Não-Protéicos, <sup>5</sup> Os dados de viscosidade foram transformados em  $\sqrt{(X + 0,5)}$ , a fim de atenderem ao requisito de normalidade para análise de variância.

**Tabela 8- Composição do leite condensado (n = 10)**

ANÁLISES	CODEX	MAPA	SEM OSMOSE	COM OSMOSE
Gordura (% m/m)	≥ 8,00	≥ 6,75	7,30	7,50
Extrato Seco do Leite (% m/m)	≥ 28,0	≥ 28,0	29,7	30,8
Umidade (% m/m)	-	-	28,6	28,5
Proteína <sup>1</sup> do Leite no ESD <sup>2</sup> (% m/m)	≥ 34,0	-	34,4	33,9
Açúcar, exceto lactose (%m/m)	-	≤ 45,0	41,7	40,7

**Sendo:** <sup>1</sup> Considerando proteína bruta, <sup>2</sup> ESD: Extrato Seco Desengordurado.

#### 4.1 Atividade de água

A atividade de água é uma análise pouco usada para fabricação de leite condensado, tanto para controle de rotina quanto para controle periódico. Os fatos principais são a pouca variação de resultados, o alto custo do equipamento e a não exigência desta análise pelo órgão fiscalizador.

A  $A_w$  também pode fornecer um indicativo importante quanto ao crescimento bacteriano, uma vez que pode ser condição restritiva para seu desenvolvimento. Podem-se citar alguns microrganismos e suas respectivas atividades de água mínima para desenvolvimento: *Staphylococcus aureus*: 0,86, *Samonella*: 0,93-0,95, *Clostridium botulinum*: 0,94, *Bacillus cereus*: 0,92-0,93 (BARBOSA-CÁNOVAS, 2007).

A Tabela 9 mostra que os resultados obtidos para atividade de água não apresentaram efeito significativo entre os tratamentos, tempo ou na interação entre tratamento e tempo.

**Tabela 9-** Resultados médios de atividade de água (n = 10)

DIAS DE ESTOCAGEM	$A_w \pm \sigma$				MÉDIA
	SEM OSMOSE		COM OSMOSE		
1	0,861	$\pm 0,008$	0,859	$\pm 0,009$	0,860 a
30	0,862	$\pm 0,007$	0,862	$\pm 0,009$	0,862 a
60	0,861	$\pm 0,007$	0,862	$\pm 0,008$	0,861 a
120	0,860	$\pm 0,008$	0,862	$\pm 0,007$	0,861 a
<b>MÉDIA</b>	0,861 A	$\pm 0,008$	0,861 A	$\pm 0,008$	

**Sendo:** Médias seguidas da mesma letra não diferem significativamente entre si, pelo teste de Tukey, a 5% de probabilidade. Letras minúsculas devem ser consideradas nos tempos (linhas) e maiúsculas nos tratamentos (colunas).  $\sigma$  = Desvio Padrão

Os valores encontrados para  $A_w$  dos produtos analisados encontram-se acima da referência de literatura, citada por WALSTRA & JENNESS (1984): 0,830, com um teor de umidade de 27%. A média da umidade encontrada no presente trabalho foi de 28%, o que pode explicar a maior  $A_w$  encontrada.

Estes maiores valores encontrados indicam o favorecimento do crescimento de microrganismos como *Staphylococcus aureus*, caso esteja presente no produto, o que pode se tornar um problema do ponto de vista de segurança alimentar.

## 4.2 Sólidos solúveis

O índice de refração de uma substância pura é uma constante, mantidas as condições de temperatura e pressão, podendo ser usado como meio de sua identificação. A determinação da concentração de sólidos solúveis de uma amostra é feita com base no método refratométrico, simples e rápido e que apresenta bom grau de precisão (BRASIL, 2008).

Os resultados da análise de sólidos solúveis (Brix), apresentados na Tabela 10, apontam que não houve efeito significativo entre os tratamentos, tempo ou na interação entre tratamento e tempo ( $p > 0,05$ ). Este resultado era esperado, uma vez que não houve evaporação da água dos produtos, que estavam envasados em embalagens fechadas, entretanto, poderia haver diminuição ou aumento na solubilização de constituintes.

**Tabela 10-** Resultados médios de teor sólidos solúveis (n = 10)

DIAS DE ESTOCAGEM	SÓLIDOS SOLÚVEIS (°Brix) $\pm\sigma$				MÉDIA
	SEM OSMOSE		COM OSMOSE		
1	69,0	$\pm 0,6$	69,4	$\pm 0,9$	69,2 a
30	68,6	$\pm 0,6$	68,3	$\pm 0,6$	68,4 a
60	68,9	$\pm 1,0$	68,7	$\pm 0,7$	68,8 a
120	68,6	$\pm 0,8$	68,6	$\pm 0,9$	68,6 a
<b>MÉDIA</b>	68,8 A	$\pm 0,8$	68,8 A	$\pm 0,8$	

**Sendo:** Médias seguidas da mesma letra não diferem significativamente entre si, pelo teste de Tukey, a 5% de probabilidade. Letras minúsculas devem ser consideradas nos tempos (linhas) e maiúsculas nos tratamentos (colunas).  $\sigma$  = Desvio Padrão

### 4.3 Teor de gordura

Os teores de gordura apresentados na Tabela 11 indicam que não houve efeito significativo entre os tratamentos ( $p > 0,05$ ). Podemos inferir que o processamento foi conduzido de forma a manter um fator de concentração constante nos dois processos de fabricação, mesmo com a fragmentação da concentração no processo com osmose. Entre os tempos também não ocorreu efeito significativo ao nível de 5% ( $p > 0,05$ ), fato também observado na interação entre tratamento e tempo.

**Tabela 11-** Resultados médios de teor de gordura ( $n = 10$ )

DIAS DE ESTOCAGEM	GORDURA (% m/m) $\pm\sigma$				MÉDIA
	SEM OSMOSE		COM OSMOSE		
1	7,30	$\pm 0,57$	7,50	$\pm 0,61$	7,40 a
30	7,30	$\pm 0,57$	7,10	$\pm 0,65$	7,20 a
60	7,00	$\pm 0,94$	7,40	$\pm 0,22$	7,20 a
120	7,40	$\pm 0,42$	7,65	$\pm 0,34$	7,53 a
<b>MÉDIA</b>	7,25 A	$\pm 0,62$	7,41 A	$\pm 0,46$	

**Sendo:** Médias seguidas da mesma letra não diferem significativamente entre si, pelo teste de Tukey, a 5% de probabilidade. Letras minúsculas devem ser consideradas nos tempos (linhas) e maiúsculas nos tratamentos (colunas).  $\sigma$  = Desvio Padrão

### 4.4 Teor de lactose

A lactose em leite condensado tem uma importância relevante, uma vez que está ligada diretamente ao processo de cristalização do produto, ao escurecimento não enzimático e à viscosidade final, conforme relatado por PERRONE (2008).

Foi feita a comparação das médias pelo Teste de Tukey, exposta na Tabela 12. Os resultados mostram que não houve efeito significativo entre os tratamentos ( $p > 0,05$ ), fato que se repetiu entre o tempo ou na interação entre tratamento e tempo, ao nível de 5%, reafirmando a manutenção do fator de concentração nos dois processamentos.

**Tabela 12-** Resultados médios de teor de lactose (n = 10)

DIAS DE ESTOCAGEM	LACTOSE (% m/m) $\pm\sigma$				MÉDIA
	SEM OSMOSE		COM OSMOSE		
1	12,2	$\pm 0,4$	12,6	$\pm 0,8$	12,4 a
30	12,7	$\pm 0,9$	12,9	$\pm 1,0$	12,8 a
60	12,3	$\pm 0,5$	13,0	$\pm 0,1$	12,7 a
120	12,6	$\pm 0,3$	12,9	$\pm 0,3$	12,7 a
<b>MÉDIA</b>	12,4 A	$\pm 0,5$	12,8 A	$\pm 0,5$	

**Sendo:** Médias seguidas da mesma letra não diferem significativamente entre si, pelo teste de Tukey, a 5% de probabilidade. Letras minúsculas devem ser consideradas nos tempos (linhas) e maiúsculas nos tratamentos (colunas).  $\sigma$  = Desvio Padrão

A saturação de lactose encontrada em ambos os produtos, calculada antes da adição da lactose micronizada, foi inferior a 1,6 vezes o valor da saturação (1,47), confirmando a necessidade de adição de lactose para a indução da cristalização da lactose no leite condensado.

#### 4.5 Teor de proteína bruta

O leite bovino contém diversos compostos nitrogenados, dos quais aproximadamente 95% ocorrem como proteínas e 5% como compostos nitrogenados não protéicos. Em torno de 80% do nitrogênio protéico do leite constitui-se de nitrogênio caseínico e 20% de nitrogênio não caseínico (WALSTRA & JANNES, 1984).

Os teores de proteína do leite condensado sofrem variação conforme o leite de partida e a concentração final, além da composição do produto (quantidade de açúcar adicionada).

Os teores de proteína, mostrados na Tabela 13, indicam que não houve efeito significativo entre os tratamentos e na interação entre tratamento e tempo ( $p > 0,05$ ). Mas, durante o tempo de estocagem, houve diferença. Os valores encontrados no primeiro tempo avaliado são diferentes aos tempos 30 e 60 dias, mas volta a apresentarem-se iguais estatisticamente no tempo de 120 dias.

**Tabela 13-** Resultados médios de teor de proteína bruta (n = 10)

DIAS DE ESTOCAGEM	PROTEÍNA BRUTA (% m/m) $\pm\sigma$				MÉDIA
	SEM OSMOSE		COM OSMOSE		
1	7,7	$\pm 0,9$	7,9	$\pm 0,9$	7,8 a
30	7,1	$\pm 0,5$	6,9	$\pm 0,4$	7,0 b
60	7,0	$\pm 0,3$	7,0	$\pm 1,0$	7,0 b
120	7,3	$\pm 0,1$	7,8	$\pm 0,2$	7,6 ab
<b>MÉDIA</b>	7,3 A	$\pm 0,4$	7,4 A	$\pm 0,6$	

**Sendo:** Médias seguidas da mesma letra não diferem significativamente entre si, pelo teste de Tukey, a 5% de probabilidade. Letras minúsculas devem ser consideradas nos tempos (linhas) e maiúsculas nos tratamentos (colunas).  $\sigma$  = Desvio Padrão

#### 4.6 Teor de caseína

O aquecimento do leite desnatado até que a maioria das proteínas do soro sejam desnaturadas pela temperatura elevada aumenta a viscosidade em, aproximadamente, 10%, devido a uma ligeira agregação protéica. Mas, se primeiro se concentra o leite e depois o aquece, o aumento da viscosidade (aparente) é muito maior que no leite concentrado depois do aquecimento (WALSTRA & JENNESS, 1984).

**Tabela 14-** Resultados médios de teor de caseína (n = 10)

DIAS DE ESTOCAGEM	CASEÍNA (% m/m) $\pm\sigma$				MÉDIA
	SEM OSMOSE		COM OSMOSE		
1	7,03	$\pm 0,82$	7,21	$\pm 0,83$	7,12 a
30	6,47	$\pm 0,40$	6,26	$\pm 0,33$	6,36 b
60	6,29	$\pm 0,28$	6,44	$\pm 1,00$	6,37 b
120	6,73	$\pm 0,13$	7,11	$\pm 0,14$	6,92 ab
<b>MÉDIA</b>	6,63 A	$\pm 0,41$	6,76 A	$\pm 0,57$	

**Sendo:** Médias seguidas da mesma letra não diferem significativamente entre si, pelo teste de Tukey, a 5% de probabilidade. Letras minúsculas devem ser consideradas nos tempos (linhas) e maiúsculas nos tratamentos (colunas).  $\sigma$  = Desvio Padrão

A caseína, em conformidade com os resultados de proteína bruta, não apresentou efeito significativo entre os tratamentos e na interação entre tratamento e tempo, mostrado na Tabela 14. Também durante o tempo de estocagem apresentou diferença, mostrando que os valores encontrados no primeiro tempo avaliado são diferentes aos tempos 30 e 60 dias, mas volta a apresentarem-se iguais estatisticamente no tempo de 120 dias.

#### 4.7 Viscosidade

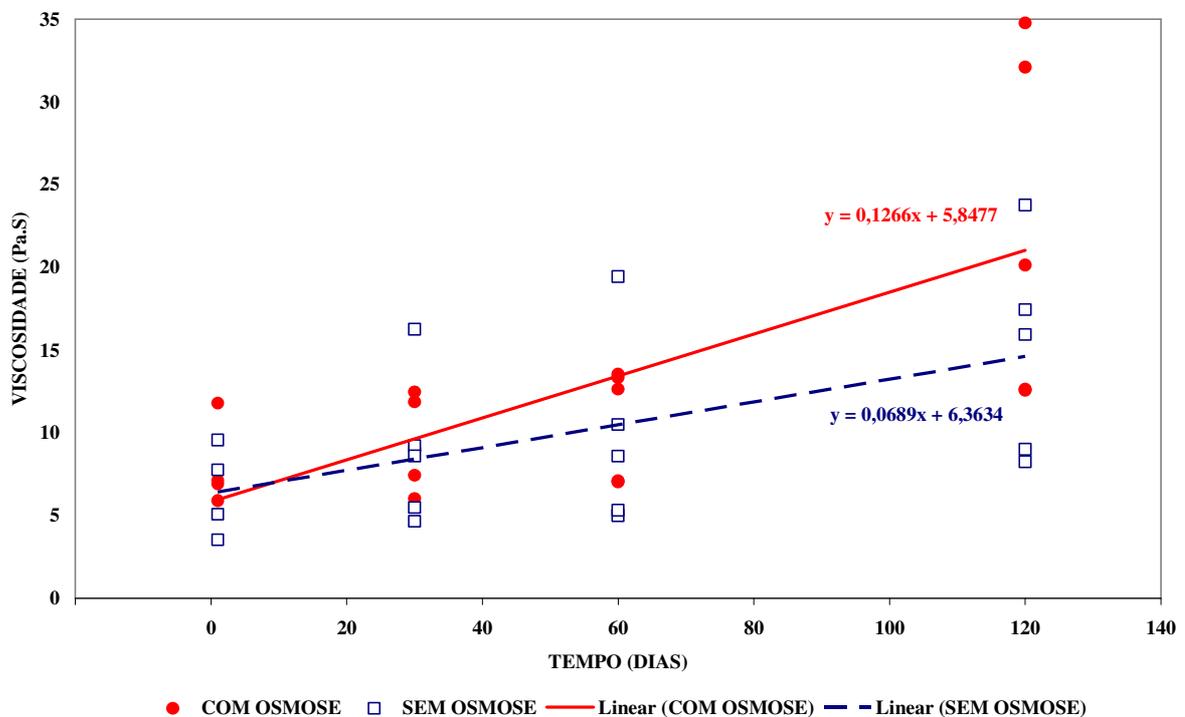
A viscosidade do leite condensado é um referencial importante para o processo de fabricação. É uma medida rápida e eficaz quanto a avaliação da qualidade do produto e sua aptidão para aplicação na forma de brigadeiros e sobremesas. A dificuldade encontrada no produto é pelo fato de apresentar uma viscosidade aparente, sendo esta sempre maior que a viscosidade calculada. A causa principal é a agregação de partículas, que contém líquido intersticial e possuem formas irregulares, aumentando o volume das partículas dispersas (WALSTRA & JENNESS, 1984).

**Tabela 15-** Resultados médios de viscosidade (n = 10)

DIAS DE ESTOCAGEM	VISCOSIDADE* (Pa.S) $\pm\sigma$				MÉDIA	
	SEM OSMOSE		COM OSMOSE			
1	2,1	$\pm 1,2$	2,3	$\pm 1,3$	2,2	b
30	3,0	$\pm 0,7$	3,1	$\pm 0,4$	3,1	ab
60	3,1	$\pm 0,9$	3,3	$\pm 0,5$	3,2	a
120	3,9	$\pm 0,8$	4,7	$\pm 1,1$	4,3	a
<b>MÉDIA</b>	3,0 A	$\pm 0,9$	3,4 A	$\pm 0,9$		

**Sendo:** Médias seguidas da mesma letra não diferem significativamente entre si, pelo teste de Tukey, a 5% de probabilidade. Letras minúsculas devem ser consideradas nos tempos (linhas) e maiúsculas nos tratamentos (colunas). Os dados de viscosidade foram transformados em  $\sqrt{(X + 0,5)}$ , a fim de atenderem ao requisito de normalidade para análise de variância.  $\sigma$  = Desvio Padrão

A análise de variância dos resultados de viscosidade, apresentados na Tabela 15, não apresentou efeito significativo entre os tratamentos e interação entre tempos e tratamentos ( $p > 0,05$ ), mas o efeito do tempo foi observado ao longo do período avaliado ( $p \leq 0,05$ ), sendo este um comportamento esperado para leite condensado durante a estocagem. A evolução também pode ser observada no gráfico da Figura 6, sendo mais pronunciada no leite condensado com osmose, aumentando a diferença entre eles quanto mais avança o tempo, dentro do período estudado.



**Figura 6 - Viscosidade**

O produto fabricado com osmose inicia-se com uma viscosidade mais baixa, que pode ser observado pelo menor coeficiente linear, e produz aumento mais significativo com o tempo, uma vez que apresenta maior coeficiente angular. Os valores de viscosidade dos dois produtos foram iguais somente com 7 dias.

Partindo-se de uma calda com maior teor de sólidos, as reações catalisadas pelo tratamento térmico se intensificam, como a interação entre os constituintes, o que pode justificar o aumento da viscosidade ao longo do tempo.

## 4.8 Microscopia

A cristalização da lactose tem grande importância prática, além de constituir uma fase da fabricação, também por representar um ponto de controle para não acarretar em defeito no produto, como a percepção dos cristais (WALSTRA & JENNESS, 1984).

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  $2,39 \times 10^8$ .

**Tabela 16-** Resultados médios do tamanho de cristais (n = 10)

DIAS DE ESTOCAGEM	TAMANHO DE CRISTAIS ( $\mu\text{m}$ ) $\pm\sigma$				MÉDIA	
	SEM OSMOSE		COM OSMOSE			
1	13,2	$\pm 1,6$	13,5	$\pm 1,5$	13,3	b
30	14,9	$\pm 1,4$	15,7	$\pm 1,3$	15,3	ab
60	15,5	$\pm 1,4$	16,8	$\pm 2,4$	16,1	a
120	16,5	$\pm 2,4$	18,0	$\pm 2,0$	17,3	a
<b>MÉDIA</b>	15,0 A	$\pm 1,7$	16,0 A	$\pm 1,8$		

**Sendo:** Médias seguidas da mesma letra não diferem significativamente entre si, pelo teste de Tukey, a 5% de probabilidade. Letras minúsculas devem ser consideradas nos tempos (linhas) e maiúsculas nos tratamentos (colunas).  $\sigma$  = Desvio Padrão

Os produtos apresentaram cristais em tamanho muito próximo ao citado em literatura, não havendo diferença significativa ( $p > 0,05$ ) entre os tratamentos. Apresentou diferença significativa entre os tempos estudados ( $p \leq 0,05$ ), aumento o tamanho ao longo do tempo, principalmente a partir de 60 dias. Todos os resultados estão apresentados na Tabela 16.

A análise de variância, mostrada na tabela 17, entre o tempo e o número de cristais não apresentou significância, resultando em que o tempo não interfere no número de cristais formados, nem mesmo o tratamento dado e a interação entre o tempo e o tratamento ( $p < 0,05$ ). A quantidade de cristais se manteve abaixo do relatado em literatura e encontrado no mercado brasileiro.

**Tabela 17-** Resultados médios do número de cristais (n = 10)

DIAS DE ESTOCAGEM	NÚMERO DE CRISTAIS (x 10 <sup>6</sup> /g) ±σ				MÉDIA
	SEM OSMOSE		COM OSMOSE		
1	562	±223	534	±230	548 a
30	592	±200	575	±191	583 a
60	581	±143	536	±156	559 a
120	424	±141	407	±151	416 a
<b>MÉDIA</b>	540 A	±177	513 A	±182	

**Sendo:** Médias seguidas da mesma letra não diferem significativamente entre si, pelo teste de Tukey, a 5% de probabilidade. Letras minúsculas devem ser consideradas nos tempos (linhas) e maiúsculas nos tratamentos (colunas).  $\sigma$  = Desvio Padrão

#### 4.9 Cinzas, EST, Proteína, NCN, Sacarose e Umidade

Os resultados obtidos dos teores de cinzas, extrato seco desengordurado, proteína, compostos nitrogenados não protéicos, sacarose e umidade não atenderam ao requisito de normalidade dos dados para a análise de variância, mesmo após as transformações recomendadas. Foram analisados então pelo Teste t para as duas variáveis (CO e SO), não apresentando evidências para afirmar que os tratamentos sejam significativamente diferentes ( $p > 0,05$ ).

#### 4.10 Estudo comparativo da relação entre componentes

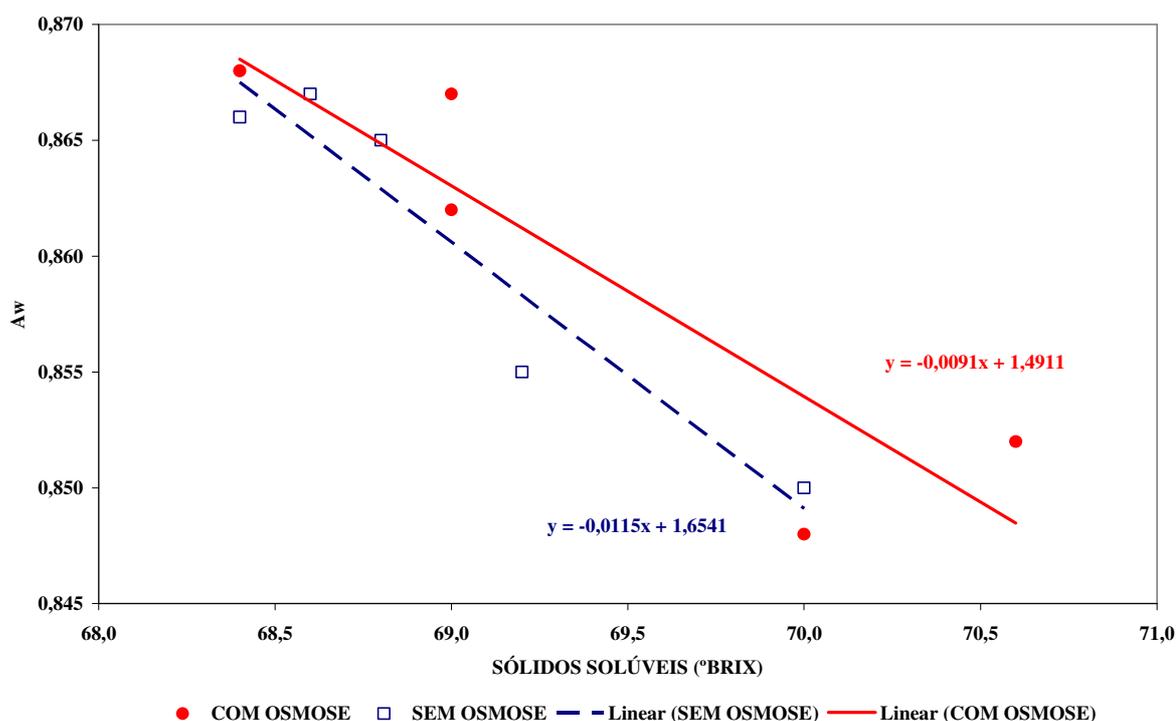
Os coeficientes de correlação foram calculados, entre todas as variáveis estudadas, obtendo-se boas relações em algumas delas, listadas na Tabela 18, sempre no produto com um dia de fabricação.

**Tabela 18-** Relação entre componentes no tempo 1

COMPONENTES		SEM OSMOSE	COM OSMOSE
Brix	Aw	- 0,953	- 0,894
Brix	Viscosidade	0,782	
Tamanho de cristais	Número de cristais		- 0,935
Brix	Número de cristais	0,962	
Aw	Número de cristais	- 0,936	
Tamanho de cristais	EST	- 0,884	

#### 4.10.1 Relação entre sólidos solúveis e Aw

A correlação entre sólidos solúveis e Aw foi significativa no tempo 1 (SO = - 0,953 e CO = -0,894). Esta relação pode ser considerada útil para o controle de qualidade do produto durante o processo de fabricação, uma vez que a análise de sólidos solúveis é simples, rápida e barata. Assim, pode-se estimar a disponibilidade de água no produto para o crescimento de microrganismos deteriorantes e auxiliar na garantia da qualidade do produto final ao longo de sua vida útil. A Figura 7 mostra a equação que representa o modelo matemático de melhor ajuste, a partir da análise de regressão ( $p < 0,05$ ).

**Figura 7** - Aw do leite condensado em função do brix

#### 4.10.2 Relação entre sólidos solúveis e viscosidade

A correlação entre os dois atributos foi significativa para as fabricações sem osmose, em todos os tempos estudados (1 = 0,958, 30 = 0,712, 60 = 0,889 e 120 = 0,896), o mesmo não ocorrendo para o as fabricações com osmose, ou seja, é possível prever com maior precisão a viscosidade do produto ao longo do tempo para a variação sem osmose.

Este fato se comprova na prática. Quando ao final da produção o leite condensado apresenta viscosidade abaixo do padrão, é necessário o armazenamento do lote até que atinja a viscosidade desejada. No caso do leite condensado sem osmose, sempre foi possível estabelecer um período médio para a liberação, com base no Brix e na viscosidade inicial. Com a utilização da osmose, independente destes dois atributos, o tempo de quarentena não é possível de ser previsto, somente a partir da relação estabelecida na equação entre viscosidade e tempo, pode-se prever o comportamento do produto ao longo do tempo.

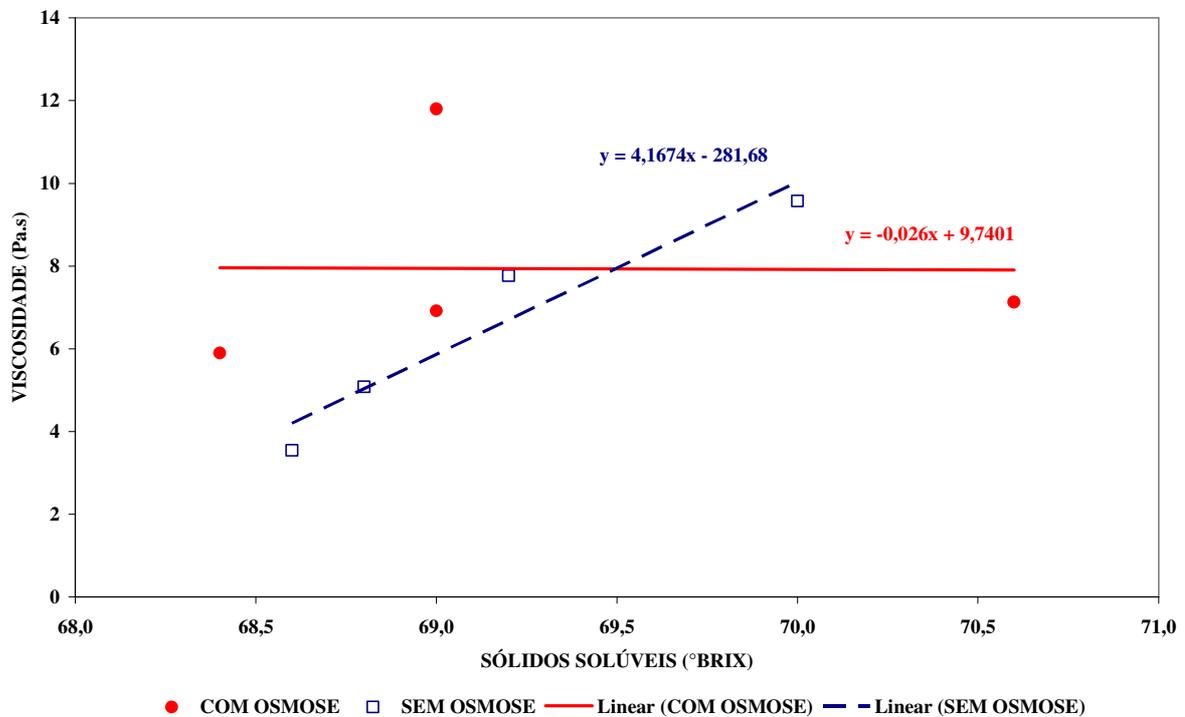


Figura 8 – Relação entre sólidos solúveis e viscosidade

Utilizando-se o tempo 1 para avaliação, o gráfico da Figura 8 apresenta a relação entre os dois atributos para os dois produtos, evidenciando que a relação se estabelece somente para o produto sem osmose.

Usando-se a equação da reta, 69 °Brix é o teor mínimo de sólidos solúveis para obter-se uma viscosidade adequada para o mercado (mínimo de 3,5 Pa.s).

#### 4.10.3 Relação entre tamanho de cristais e número de cristais

Com o decorrer do tempo de armazenamento, os cristais de lactose tendem a se aglomerar, formando cristais maiores, e reduzindo a quantidade, conseqüentemente. Este fato foi bem evidenciado nos dois produtos avaliados, mostrados no gráfico da Figura 9.

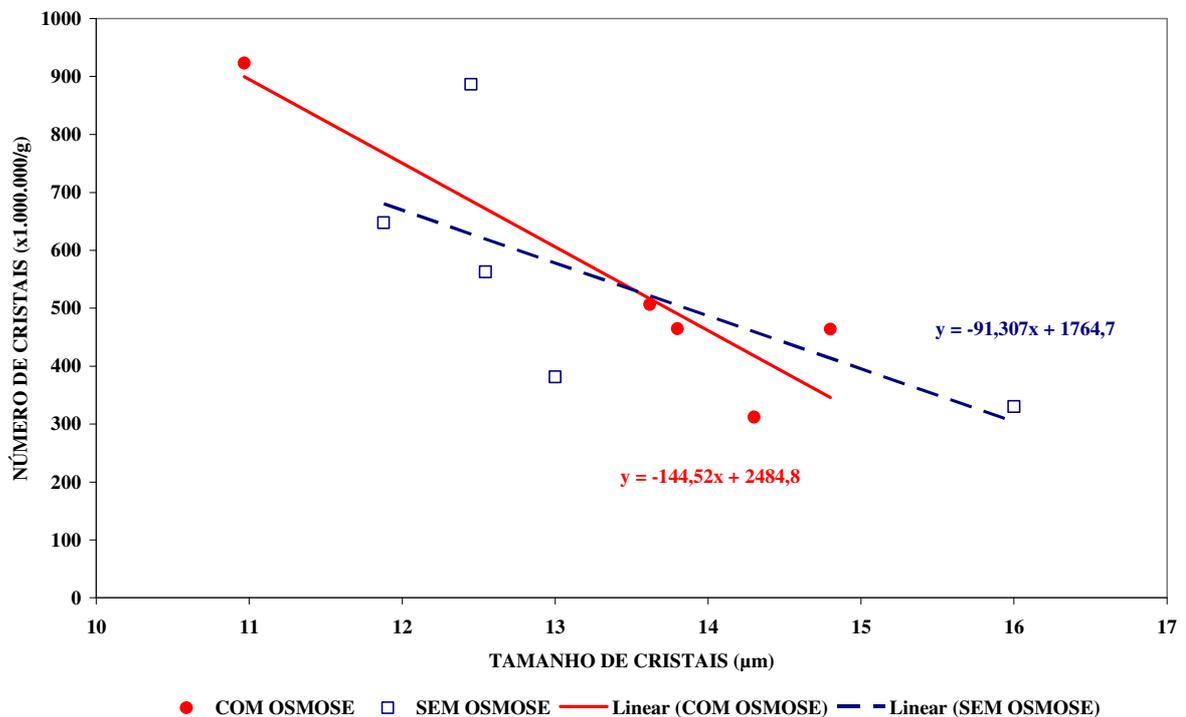
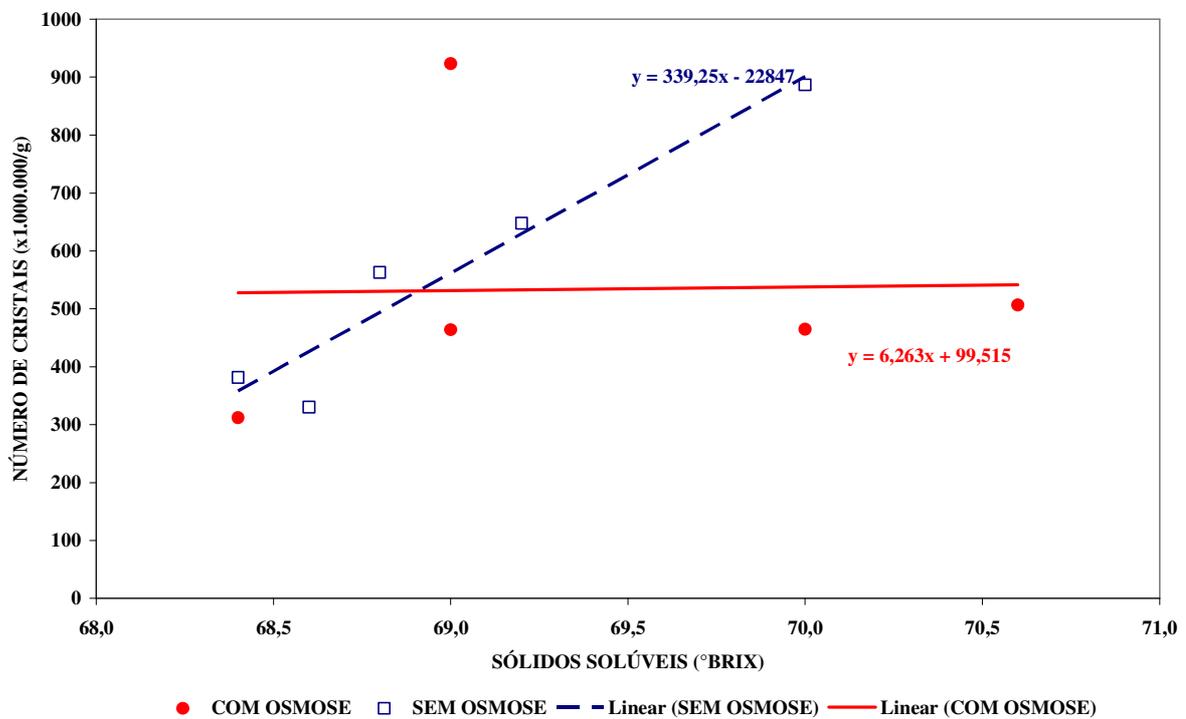


Figura 9 – Relação entre tamanho e número de cristais

#### 4.10.4 Relação entre sólidos solúveis e número de cristais

Estabeleceu-se a relação entre sólidos solúveis e número de cristais, apresentado no gráfico da Figura 10, obtendo-se melhor relação para o produto SO, ou seja, pode-se controlar o número de cristais pelo Brix, fato bastante favorável, por tratar-se de uma avaliação rápida e rotineira.



**Figura 10** – Relação entre sólidos solúveis e número de cristais

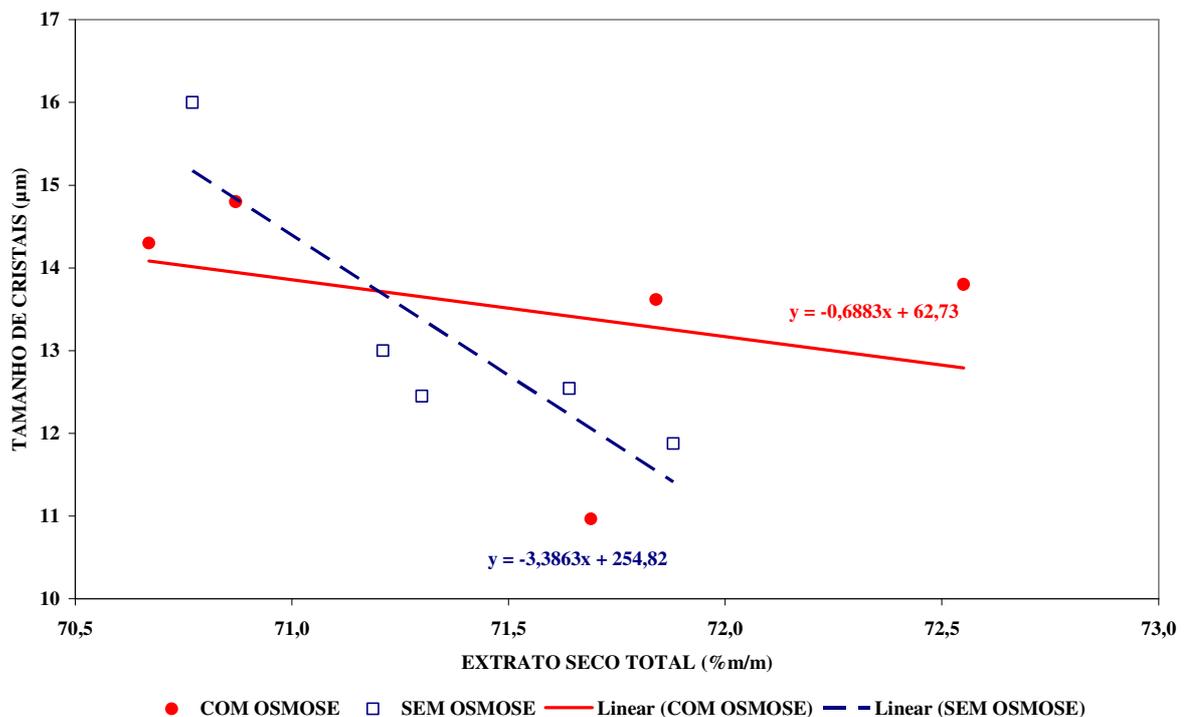
Com base na equação da reta, observa-se que para os valores de Brix médios utilizados como referência no trabalho (68 a 70 °Brix) o número de cristais de lactose não ultrapassará o valor máximo encontrado por PERRONE, et al. (2008):  $2,39 \times 10^8$  /g.

#### 4.10.5 Relação entre $A_w$ e número de cristais

A relação entre a atividade de água e número de cristais estudada no tempo 1 de avaliação foi de -0,936 para o leite condensado SO, mostrando que quando a  $A_w$  é menor, aumenta a formação de cristais no produto final, principalmente por haver menos água disponível, permitindo maior agregação dos cristais de lactose.

#### 4.10.6 Relação entre tamanho de cristais e extrato seco total

O tamanho dos cristais encontrado no produto sem osmose é influenciado negativamente pelo extrato seco total do produto, ou seja, quanto maior o EST, menor o tamanho dos cristais, não ocorrendo a mesma relação (em intensidade) no produto CO, relação apresentada no gráfico da Figura 11.



**Figura 11** – Relação entre tamanho de cristais e extrato seco total

## 4.11 Sensorial

### 4.11.1 Duto trio

A partir da tabela de “Teste Unilateral Baseado no Modelo Binomial com  $p=0,5$ ”, 20 provadores precisariam referenciar corretamente a amostra que é idêntica à referência para detectar significância ao nível de 5%.

A Tabela 19 apresenta o número de acertos em cada um dos tempos, sendo que nenhum deles alcançou o número mínimo, ou seja, não houve diferença estatística significativa entre as amostras ao nível de 5% de significância.

**Tabela 19-** Resultados do teste duo trio

<b>DIAS DE ESTOCAGEM</b>	<b>SEM OSMOSE</b>	<b>COM OSMOSE</b>
15	15,4	14,6
30	14,6	15,4
60	14,0	16,0
120	16,2	13,8
<b>MÉDIA</b>	15,1	15,0

### 4.11.2 Preferência

Utilizando-se a tabela de “Teste Bilateral Baseado no Modelo Binomial com  $p=1/2$ ”, partindo-se de um painel com 30 provadores, é necessário que a amostra seja escolhida 21 vezes, no mínimo, para que seja detectada significância entre os dois produtos avaliados, a um nível de 5%.

Nos resultados apresentados na Tabela 20, observa-se que em nenhum dos tempos analisados houve escolha acima do valor mencionado. Assim, pode-se dizer que não houve diferença estatística significativa entre as amostras ao nível de 5% de significância.

**Tabela 20-** Resultados do teste de preferência

<b>DIAS DE ESTOCAGEM</b>	<b>SEM OSMOSE</b>	<b>COM OSMOSE</b>
15	16,6	13,4
30	14,8	15,2
60	17,6	12,4
120	15,6	14,4
<b>MÉDIA</b>	16,2	13,9

## 5 CONCLUSÕES

O uso de leite pré-concentrado por membranas não altera o produto estatisticamente, ao nível de 5% de significância, uma vez que os atributos avaliados não apresentaram diferenças significativas entre os tratamentos.

Os produtos avaliados sensorialmente não apresentaram diferença significativa entre os tratamentos ao nível de 5% de significância em nenhum dos testes utilizados, o que mostra que provadores não treinados não identificaram diferença entre os produtos.

Os resultados mostraram não haver necessidade de alteração dos atributos de tecnologia da fabricação tradicional ao se inserir a etapa de pré-concentração em osmose.

Estabeleceu-se relação entre a viscosidade e o teor de sólidos solúveis, para o produto fabricado sem osmose, tendo-se como resultado uma equação, onde é possível prever a viscosidade do produto com base no Brix, favorecendo o controle de qualidade do produto.

## REFERÊNCIAS

BAKER, R. W. **Membrane Technology and Applications**. 2. ed. Califórnia: Wiley, 538p., 2004.

BARBOSA-CÁNOVAS, G. V. **Water Activity in Foods: Fundamentals and Applications**. John Wiley and Sons, 435p., 2007.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº 68, de 12 de dezembro de 2006. Oficializa os métodos analíticos oficiais físico-químicos, para controle de leite e produtos lácteos. **Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil**, Brasília, 14 dez. 2006.

BRASIL, Ministério da Agricultura, do Abastecimento – Secretaria Nacional de defesa Agropecuária. **Regulamento da Inspeção Industrial e Sanitária de Produtos de Origem Animal** (Aprovado pelo Decreto nº 30.691, de 29-03-52, alterado pelos Decretos nº 1.255 de 25-06-62, 1.236 de 02-09-94, nº 1.812 de 08-02-96 e nº 2.244 de 05-06-97). DIPOA – MAPA, Brasília, DF, 241p., 1997.

BRASIL. Ministério da Saúde. Agência de Vigilância Sanitária (ANVISA). Instituto Adolfo Lutz. **Métodos Físico-Químicos para Análise de Alimentos**. Brasil: Ministério da Saúde, 4. Ed. 1. Ed. Digital. 1020p., 2008. Disponível em: <[http://www.crq4.org.br/sms/files/file/analisedealimentosial\\_2008.pdf](http://www.crq4.org.br/sms/files/file/analisedealimentosial_2008.pdf)> acesso em 10/06/2010.

BYLUND, G. **Tetra Pack Dairy Processing Handbook**. Lund: Tetra Pak Processing Systems AB, 436p., 1995.

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)> Acesso em 28/05/2011.

DAUFIN, G., ESCUDIER, J.-P., GARRÈRE, H., BÉROT, S., FILLAUDEAU, L., DECLOUX, M. **Institution of Chemical Engineers: Recent and Emerging Applications of Membrane Processes in the Food and Dairy Industry**. v. 79, Part C, p. 89-102, June, 2001.

FERREIRA, D. F. **Sistema de análises de variância para dados balanceados**. Lavras: UFLA, 2000. (SISVAR 4. 1. pacote computacional).

FIL 29-1: 2004 Milk - **Determination of casein-nitrogen content** - Part 1: Indirect method (Reference method) (ISO 17997-1:2004).

FIL 20-1: 2001 Milk - **Determination of nitrogen content** - Part 1: Kjeldahl method (ISO 8968-1:2001).

FIL 20-4: 2001 Milk - **Determination of nitrogen content** - Part 4: Determination of non-protein-nitrogen content (ISO 8968-4:2001).

FLEMING, R. On-Farm Concentration of Milk. In: **Western Dairy Management Conference**. Las Vegas, Nevada, April, 1999.

FOX, P. F.; McSWEENEY, P. L. H. **Dairy Chemistry and Biochemistry**. London: Blackie Academic Professional, 478p., 1998.

GEA FILTRATION: **Filtração por Membranas**. Campinas, 2005. Disponível em: <[http://www.geafiltration.com/filtration\\_library/membrane\\_filtration\\_Portuguese.pdf](http://www.geafiltration.com/filtration_library/membrane_filtration_Portuguese.pdf)>. Acesso em: 05/01/2010.

HABERT, A. C., BORGES, C. P., NOBREGA, R. **Processos de Separação por Membranas**. Rio de Janeiro, E-papers, 180p., 2006.

HALLETT, A., HALLETT, D. **Entrepreneur Magazine Encyclopedia of Entrepreneurs**. California: John Wiley and Sons, 512p., 1997.

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.

IDF: International Dairy Federation. The World Dairy Situation. **Bulletin of the international Dairy Federation**. Bruxelas. Bélgica. n. 446, 206p., 2010.

KOSIKOWSKI, F. V. Cheesemaking by Ultrafiltration. **Journal of Dairy Science**. New York, v. 57, p. 488-491, April 1973.

LEITE, Z. T. C.; VAITSMAN, D. S.; DUTRS, P. B.; GUEDES, A. **Leite e Alguns de Seus Derivados – da Antiguidade à Atualidade**. Química Nova, v. 29, n. 4, p. 876-880, 2006. Disponível em: <<http://quimicanova.sbq.org.br/qn/qnol/2006/vol29n4/42-AG04349.pdf>> Acesso em: 01/02/2011.

MARTINEZ, E., HOUGH, G., CONTARINI, A. Sandiness Prevention in Dulce de Lache by Seeding with Lactose Microcrystals. **Journal of Dairy Science**. v. 73, n. 3, p. 612-616, Mar. 1990.

MERMELSTEIN, N. H. Concentrating Milk. **Food Technology**. [S.l.]. v. 56, n. 3. p. 72-74, March 2002.

McSWEENEY, P. L. H., FOX, P. F. **Advanced Dairy Chemistry: Lactose, water, salts, and minor constituents**. 3 Ed. Cork, Ireland: Springer. v. 3, 778p., 2009.

NEVES, B. S., DUCRUET, P. Emprego de Ultrafiltração na Fabricação de Requeijão cremoso. **Revista do Instituto de Laticínios Cândido Tostes**. Juiz de Fora, v. 43, n. 257; p. 3-8, 1988.

NIKERSON, T. A., MOORE, E. E. Solubility Interrelations of Lactose and Sucrose. **Journal of Food Science**. Chicago, v. 37. n. 1, p. 60-61, Jan/Feb, 1972.

NOBLE, R. D., STERN, S. A. **Membrane separations technology: principles and applications**. Colorado: Elsevier, 718 p., 1995.

OETTERER, M., REGITANO-D'ARCE, M. A. B., SPOTO, M. H. F. **Fundamentos de Ciência e Tecnologia de Alimentos**. Barueri, São Paulo: Manole, 632p., 2006.

POULIOT, Y. Membrane processes in dairy technology - From a Simple Idea to Worldwide Panacea. **International Dairy Journal**. n. 18, p. 735-740, 2008.

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.

PEREIRA, D. B. C.; SILVA, P. H. F.; COSTA JÚNIOR, L. C. G.; OLIVEIRA, L. L. **Físico-Química do Leite e Derivados: Métodos Analíticos**. 2. Ed. Juiz de Fora: Templo Gráfica e Editora, 234p., 2001.

SIQUEIRA, K. B., CARNEIRO, A. V., PINHA, L. C. Integração espacial do mercado de leite condensado. In: **48º Congresso da Sociedade Brasileira de Economia Administração e Sociologia Rural** (apresentação oral), Campo Grande – MS, 2010.

STABILE, R. L. Economics of Reverse Osmosis and Multistage Evaporation for Concentrating Skim Milk from 8.8 to 45% Solids. **Journal Dairy Science**. n. 66, p. 1765-1772, 1983.

TETRA PAK. **Manual de Equipamento de Osmose Reversa: Tetra Alcross RS 2x8-3/3 s4**. São Paulo, 2008.

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

WALSTRA, P.; GEURTS, T. J.; NOOMEN, A.; JELLEMA, A.; VAN BOEKEL, M. A. J. S. **Ciencia de Leche y Tecnología de los Productos Lácteos**. Zaragoza: Editorial Acribia, 729p., 2001.