

ANÁLISE DO GRAU DE PUREZA DOS PRODUTOS DA CRISTALIZAÇÃO DE LACTOSE A PARTIR DE SORO DE LEITE

GUSTAVO A. TEIXEIRA^{1*}, JOSÉ R. D. FINZER²

¹Universidade Federal do Triângulo Mineiro, Departamento de Engenharia de Alimentos

² Universidade de Uberaba, Programa de Mestrado em Engenharia Química

*e-mail: gustavo.teixeira@uftm.edu.br

RESUMO - A cristalização é uma operação unitária que tem como uma das principais vantagens a obtenção de produtos com elevada pureza, mesmo a partir de soluções impuras. A cristalização de lactose vem sendo estudada pelo grupo de trabalho há alguns anos, sendo realizada a partir do soro de leite tratado (remoção de gorduras) e concentrado, utilizado cristalização em leito com agitação convencional e por vibração, com sementeira. O objetivo do trabalho foi avaliar a pureza da matéria prima e dos subprodutos utilizados e dos produtos obtidos nas operações de cristalização propostas. Os resultados apresentam a evolução da pureza do material, confirmado a efetividade da técnica.

INTRODUÇÃO

A cristalização da alfalactose monoidratada a partir de soluções aquosas supersaturadas foi estudada com muitos detalhes nos últimos anos. A utilização da forma batelada em leito vibrado tem utilização comprovadamente mais eficiente em relação aos métodos convencionais, principalmente na qualidade final de produtos (Teixeira et al., 2012).

A operação de cristalização é relevante pela produção de cristais/partículas de elevada pureza ao final do processo, que, mesmo a partir de misturas e soluções impuras os cristais apresentam uma relativa pureza, sendo a principal força motriz do processo o grau de supersaturação da solução.

Soro de queijo é a mistura líquida obtida por separação do produto coagulado do leite ou creme de leite durante os processos de fabricação do queijo. Processando soro líquido, por osmose reversa e evaporação, produz concentrado de soro. O concentrado final contém aproximadamente 60% de sólidos, sendo a maioria deste a lactose. Para produzir-se soro comercial em pó, o soro

concentrado é cristalizado para favorecer a formação da lactose monoidratada com pureza elevada e, em seguida, seca por pulverização. O produto final seco é composto de 0,2-2,0% de gordura, 10-15% de proteínas, e 61-75% de lactose (Nonnemacher, 2004).

De acordo com estudos de Lifran et al. (2007), os cristais de lactose possuem uma propriedade de incorporar, durante a sua cristalização, moléculas de proteínas, sais e até mesmo biopolímeros, o que interfere na pureza final de produtos e inibe a cristalização. Portanto, para uma cristalização efetiva, é necessário que se retirem as proteínas, gorduras e demais interferentes presentes no soro de queijo.

O objetivo do trabalho foi quantificar os materiais quanto à composição da lactose presente (grau de pureza), desde os subprodutos utilizados até os produtos da cristalização.

MATERIAL E MÉTODOS

Para quantificação dos açúcares, utilizou-se o método de cromatografia líquida (HPLC) realizada no

cromatógrafo marca Shimadzu modelo LC-20A Prominence, coluna SUPELCOGEL C-610H. Empregou-se como fase móvel ácido fosfórico (0,1%), operou-se com fluxo de 0,5 mL min⁻¹, temperatura do forno 32°C e volume de injeção de 20 µL.

Foram realizadas análises de pureza para os componentes:

- soro de queijo *in natura*;
- soro de queijo purificado, obtido do tratamento utilizando coagulante orgânico com subsequente separação e centrifugação;
- soro em pó seco, obtido apenas pela secagem do soro de queijo purificado;
- lactose comercial, utilizada como semente nos ensaios de cristalização para o planejamento experimental com semente comercial (Teixeira et al., 2020);
- cristais de semente específica, que foram os cristais produzidos à temperatura de 7°C, utilizados como sementes nos ensaios do PCC de semente específica e nos testes de cristalização com soro de queijo concentrado (Teixeira et al., 2023).
- produtos da cristalização com soro (lavagem álcool etílico PA), que são cristais obtidos do processo de cristalização a partir do soro de queijo purificado e com semente específica lavados com álcool etílico PA (Teixeira et al., 2019);
- produtos da cristalização com soro (lavagem álcool etílico PA+ álcool etílico 75°GL), que são cristais obtidos no processo de cristalização com soro de queijo purificado e com semente específica, lavados com álcool etílico PA e álcool etílico 75°GL ao final do processo (Teixeira et al., 2020);
- lactose PA (Proquímios, 99,5%).

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados de pureza para os testes de cristalização e amostras são apresentados na Tabela 1.

Tabela 1: Análise de pureza dos componentes utilizados e produzidos no processo de cristalização de lactose a partir de soro de queijo.

Substância	CT* (g L ⁻¹)	C (g L ⁻¹)	Pureza (%)
Soro in natura	-	49,23 ± 0,05	-
Soro purificado	-	47,34 ± 0,04	-
Soro em pó (seco)	3,49	4,97	70,20
Lactose comercial (MEGGLE)	5,0	4,27	85,30
Cristais semente específica	5,0	4,53	90,65
Produtos cristalização com soro (lavagem álcool etílico PA)	4,28	4,34	95,13
Produtos cristalização com soro (lavagem álcool etílico PA+75°GL)	4,56	4,16	97,20
Lactose PA	5,0	4,949	98,98

* concentração teórica

A análise realizada para o soro de queijo mostra um resultado para a concentração de lactose de acordo com a literatura, que prevê concentração média para o soro do tipo doce próxima a 5 % em massa (Ordóñez, 2005).

Com relação ao soro purificado, obteve-se uma concentração de lactose próxima ao do soro de queijo in natura, ocorrendo uma pequena quantidade de lactose extraída no processo de purificação utilizando coagulante orgânico, sendo de 3,84 %. A mesma abordagem, realizada através do equipamento espectrofotômetro, apresentou remoção de lactose de 11,70 %.

O soro em pó, produzido pela simples secagem do soro purificado, apresentou pureza de 70,20 %, apresentando-se condizente com a literatura que referencia os valores de 73 a 68 % (Ordóñez, 2005).

O teste de pureza foi realizado para a lactose comercial, utilizada no preparo das soluções saturadas nos planejamentos e como sementes no planejamento com sementeira comercial, que apresentou pureza de 85,30 %.

Os cristais da sementeira específica foram cristais produzidos a partir de soluções supersaturadas preparadas com lactose comercial, que apresentaram pureza de 90,65 %, valor maior que a lactose comercial de outros fornecedores.

Quando relacionado aos produtos obtidos nos processos de cristalização com soro de queijo concentrado e purificado, eles apresentaram elevada pureza, independentemente do método de lavagem ao final da cristalização, com pequena elevação no percentual (2,18 %) quando o álcool em sua forma diluída foi utilizado. Verifica-se uma elevação da pureza dos produtos em relação à sementeira utilizada (cristais sementeira específica), o que é benéfico e característico do processo de cristalização.

A análise da lactose PA foi realizada a título de verificação, apresentando valor próximo ao da especificação do produto, que era de 99,50 %.

CONCLUSÃO

Os resultados de pureza obtidos dão confiabilidade à técnica de análise para a substância específica lactose utilizada e evidenciam a etapa de cristalização, que retorna produtos com elevada pureza como característica principal.

REFERÊNCIAS

- LIFRAN, E.V.; VU, T.T.L.; DURHAM, R.J.; HOURIGAN, J.A.; SLEIGH, R.W. (2007), Crystallisation kinetics of lactose in the presence of lactose phosphate, *Powder Technology*, v. 179, p. 43–54. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2006.11.010>
- NONNEMACHER, M.L. (2004), Effect of whey concentrate crystallization parameters on lactose crystal forms. Master Degree in Science in Food Science and Technology - Oregon State University, 152 p.
- ORDÓÑEZ, J.A. (2005), *Tecnologia de Alimentos*, v. 2. Artmed, 2005, 279p.
- TEIXEIRA, G.A.; BATISTA, F.F.; MALAGONI, R.A.; FINZER, J. R. D. (2019), Continuously monitored lactose crystallization in a vibrated bed, *Brazilian Journal of Food Technology*, v. 22, e2018275. <https://doi.org/10.1590/1981-6723.27518>
- TEIXEIRA, G.A.; MALAGONI, R.A.; FINZER, J. R. D. (2023), Study of lactose crystallization in vibrated bed using high and specific seeding, *Observatório de La Economía Latinoamericana*, v. 21, n. 6, p. 4086–4106. <https://doi.org/10.55905/oelv21n6-054>
- TEIXEIRA, G.A.; MALAGONI, R.A.; GONÇALVES, R.V.; FINZER, J.R.D. (2020), Study of lactose crystallization in a vibrated bed with high seeding through a central composite design, *Research, Society and Development*, v. 9, n. 8. <https://doi.org/10.33448/rsd-v9i8.5734>
- TEIXEIRA, G.A.; WILLIAM, F.V.; FINZER, J.R.D.; MALAGONI, R.A. (2012), Operational optimization of anhydrous citric acid crystallization using large number of seed crystals, *Powder Technology*, v. 217, p. 634–640. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2011.11.047>