

CARACTERIZAÇÃO FÍSICO-QUÍMICA DE UM PROTOCOLO DE ENCAPSULAMENTO BASEADO NA VARIAÇÃO DO pH PARA ADIÇÃO DE VITAMINAS LIPOSSOLÚVEIS EM LEITE DESNATADO.

PHYSICO-CHEMICAL CHARACTERIZATION OF AN ENCAPSULATION PROTOCOL BASED ON pH VARIATION FOR ADDITION OF FAT-SOLUBLE VITAMINS IN SKIM MILK.

Cristian Camilo Medina Diaz¹, Flávia Macêdo De S. Moraes¹, Juliana De Carvalho Da Costa², Ítalo Tuler Perrone², Rodrigo Stephani¹

¹Departamento de Química, Universidade Federal de Juiz de Fora.

²Faculdade de Farmácia, Universidade Federal de Juiz de Fora.

Resumo

As micelas de caseína podem ser utilizadas como veículo para o protocolo de encapsulamento de vitaminas lipossolúveis em leite desnatado, melhorando a biodisponibilidade de nutrientes em leite em pó fortificado e derivados. A vitamina pode ser adicionada antes ou depois da etapa de fortificação do leite. Tendo isso em vista, o objetivo desse trabalho foi avaliar o efeito das Concentrações de Sólidos Totais (CST) sobre as interações físico-químicas na reconstituição do Leite Concentrado Desnatado Reconstituído (LCDR). Para isso, foi aplicado um protocolo de encapsulamento orientado por modificações no pH. O leite fortificado de baixo tratamento térmico com 7,40 mg N.g⁻¹ foi reconstituído em três diferentes CST, sendo elas de 10, 17, e 25 g.100 g⁻¹. O protocolo foi estabelecido em 4 etapas e permitiu avaliar as características do leite desnatado reconstituído nas condições de: pH inicial de 6,7 (T1); pH ajustado para 8,0 (T2); aplicação de ultrassom em pH 8,0 (40 kHz, 20 °C, 5 minutos) (T3); e pH reajustado para o valor inicial de 6,7 (T4). Os parâmetros estudados foram o potencial Zeta, a condutividade, a distribuição granulométrica e o cálcio iônico solúvel. Utilizou-se um planejamento experimental fatorial simples (n=3), e as variáveis independentes foram as CST, tendo como etapas T1, T2, T3, T4.

Palavras-chave: Microencapsulamento; Fortificação; Vitamina D.

Introdução

O leite bovino é uma suspensão que contém dois componentes que interagem hidrofobicamente com vitaminas lipossolúveis: glóbulos de gordura e as proteínas. As proteínas presentes no leite incluem (PI = Ponto Isoelétrico): α -s1-caseína (PI=4,5), α -s2-caseína (PI=5,0), β -caseína (PI=4,8), κ -caseína (PI=5,6), α -lactoglobulina (PI=5,2), β -lactoglobulina (PI=4,3) e albumina sérica (PI=4,8) (Cheung; Mehta, 2015). A estrutura química e as propriedades dessas proteínas, assim como o uso de proteínas do leite como veículo para compostos bioativos, foram previamente relatados na literatura (Abd El-Salam & El-Shibiny, 2012; D. G. Dalgleish, 1998; Eshpari et al., 2017; Fox & Brodtkorb, 2008; Horne, 1998).

Modelos e evidências experimentais descrevem a estrutura da micela de caseína como um nanocluster, conforme proposto por Dalgleish & Corredig (2012). Essa hipótese surgiu inicialmente da observação de que os fosfopeptídeos da β -caseína podem solubilizar e estabilizar fosfato de cálcio em soluções supersaturadas (Holt, 2004).

Na última década, a micela de caseína tem sido utilizada como veículo para técnicas de microencapsulamento, com destaque para a secagem por pulverização, que é amplamente empregada pela indústria (Bajaj; Marathe; Singhal, 2021; Furuta; Neoh, 2021).

Segundo Liu & Guo (2008), quando o pH de uma suspensão de caseína é elevado de 7,0 para 8,0, o ambiente hidrofóbico dos resíduos de triptofano diminui. Isso sugere que o domínio hidrofóbico se torna mais exposto à água devido à mudança na carga superficial da proteína. A estrutura da β -

lactoglobulina também é dependente do pH; o acesso ao sítio de ligação interno é modificado pela sua estrutura secundária, que se move de uma posição fechada para uma posição aberta com variações de pH entre 6,2 e 8,2 (Forrest et al., 2005). Além disso, o tratamento térmico aplicado e a estratégia de fortificação têm influência significativa na interação das micelas de caseína do leite desnatado com a vitamina A (Mohan et al., 2013).

Em resposta às exigências dos consumidores, a Indústria de Laticínios tem interesse em desenvolver produtos com co-fortificação que apresentem concentrações mais elevadas de nutrientes, sem comprometer as propriedades sensoriais ou a estabilidade dos produtos derivados do leite integral e desnatado. Técnicas de encapsulamento utilizando micelas de caseína têm se mostrado eficazes para contornar esses desafios sensoriais e físico-químicos na fortificação do leite com vitaminas lipossolúveis. Essas técnicas garantem a biodisponibilidade, a liberação controlada/direcionada e a maior estabilidade desses micronutrientes.

Este estudo teve como objetivo avaliar o efeito da concentração de sólidos totais (CST) sobre as propriedades físico-químicas do leite concentrado desnatado reconstituído (LCDR), visando a aplicação de um protocolo de encapsulamento de vitaminas através de modificações de pH.

Material e Métodos

O Leite Concentrado Desnatado Reconstituído, foi preparado através da reconstituição de Leite em Pó Desnatado de Baixo Tratamento Térmico, em concentrações de 10, 17 e 25 g.100 g⁻¹ de CTS. A composição do Leite foi, Índice de Nitrogênio de Proteínas do Soro 7,40 mg N.g⁻¹, 0,79 g.100 g⁻¹ de gordura, 36,87g.100g⁻¹ de proteína, acidez titulável de 0,11% e 96,5 g.100 g⁻¹ de CTS. A umidade foi determinada utilizando uma balança de umidade Sartorius MA 150Q-000230V1 à 145 °C em um programa automático, e o pH foi medido a 20 °C utilizando um pH-metro PG1400 Gehaka.

O protocolo de encapsulamento foi realizado conforme apresentado na Figura 1.

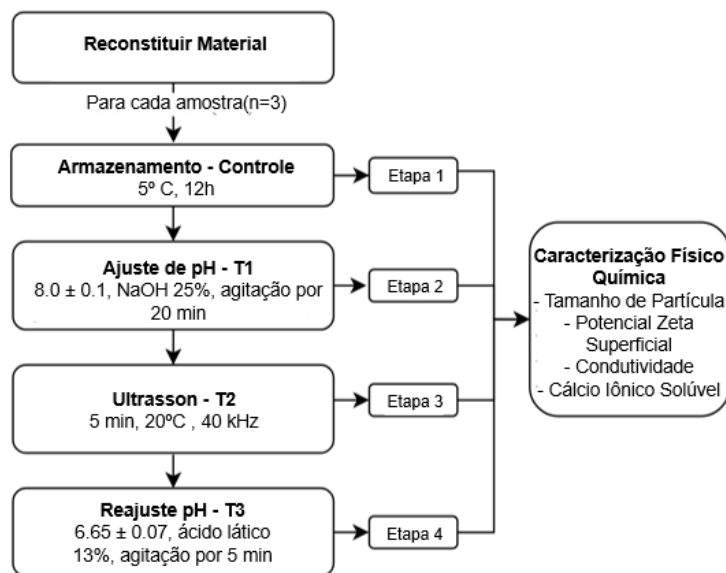


Figura 1: Procedimento experimental para a produção e caracterização de Leite Desnatado Reconstituído Concentrado.

Resultados e Discussão

Os tratamentos T1, T2 e T3 foram adequadamente avaliados para o leite desnatado em diferentes concentrações, ampliando o conhecimento existente sobre o uso de técnicas de encapsulamento para a adição de vitaminas lipossolúveis em produtos em pó. As interações físico-químicas observadas nas amostras indicam que o processo pode ser aplicado de forma eficaz em amostras de leite desnatado com teores totais de sólidos variando de 10 a 17g.100g⁻¹ sem impactos significativos nas propriedades físico-químicas do produto.

O tamanho das partículas foi uma variável crucial para entender os efeitos dos tratamentos aplicados, delineando um processo que envolve expansão e contração das micelas de caseína. O teor de sólidos totais demonstrou influenciar significativamente o processo de contração, indicando que esse processo se torna menos reversível à medida que a concentração da amostra aumenta. Em relação ao potencial zeta de superfície, as amostras foram divididas em dois grupos conforme o pH, refletindo mudanças na carga das proteínas.

A concentração de cálcio solúvel emergiu como um parâmetro importante para monitorar os efeitos dos tratamentos, revelando padrões de transferência de massa. A correlação significativa entre a concentração de cálcio solúvel e o potencial zeta de superfície sugere que variações na carga podem impulsionar o transporte de carga e massa entre os nanoclusters da fase micelar e a fase solúvel.

Por outro lado, o ultrassom atuou como um estímulo disruptivo que desequilibra os equilíbrios de troca iônica entre as fases micelar e solúvel, sendo seu efeito significativo apenas em concentrações de leite de 10g.100g⁻¹. Além disso, a condutividade mostrou-se inversamente proporcional à concentração de sólidos totais, sugerindo que a viscosidade do leite pode influenciar a irreversibilidade do processo à medida que a concentração aumenta.

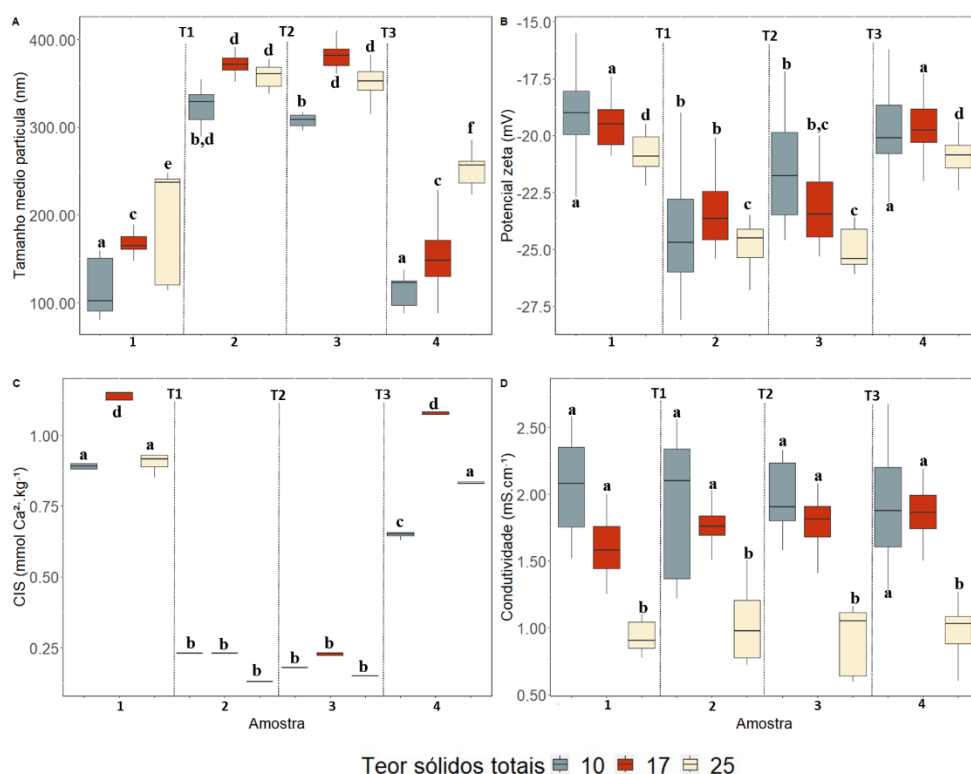


Figura 2: Resultados de tamanho médio de partícula, potencial zeta de superfície, cálcio iônico solúvel e condutividade para as amostras 1 até 4 em função do teor de sólidos totais

Conclusão

Os processos de expansão e contração durante a aplicação dos tratamentos no protocolo de encapsulamento orientado pelo pH foram avaliados com sucesso para o leite desnatado em diferentes teores de sólidos totais. O comportamento dos parâmetros estudados foi consistente com os princípios do modelo de nanoclusters para a estrutura da micela de caseína, indicando que o processo poderia ser aplicado de forma eficaz em amostras de leite desnatado com CST variando de 10 a 17g.100g⁻¹, sem alterações significativas nas propriedades físico-químicas do produto.

Entretanto, devido ao fato de que um desempenho ideal na secagem por pulverização em escala industrial geralmente requer CST superiores a 40g.100g⁻¹, os CST avaliados não seriam adequados diretamente para esse processo. Portanto, é recomendável explorar novas tecnologias e alternativas para a implementação do protocolo em contextos industriais.

Adicionalmente, é crucial investigar a viabilidade da produção em escala piloto de leite em pó fortificado com vitaminas lipossolúveis encapsuladas, bem como avaliar a biodisponibilidade desses nutrientes. Estes esforços adicionais são essenciais para promover melhorias na indústria, assegurando produtos de alta qualidade para os consumidores finais.

Referências Bibliográficas

ABD, MOHAMED H; SAFINAZ EL-SHIBINY, Formation and potential uses of milk proteins as nano delivery vehicles for nutraceuticals: A review, **International Journal of Dairy Technology**, v. 65, n. 1, p. 13–21, 2011.

BAJAJ, SEEMA R; MARATHE, SANDESH J; SINGHAL, REKHA S. Co-encapsulation of vitamins B12 and D3 using spray drying: Wall material optimization, product characterization, and release kinetics, **Food Chemistry**, v. 335, p. 127642–127642, 2021.

DALGLEISH, D.G., Casein Micelles as Colloids: Surface Structures and Stabilities, **Journal of Dairy Science**, v. 81, n. 11, p. 3013–3018, 1998.

DALGLEISH, DOUGLAS G ; MILENA CORREDIG, The Structure of the Casein Micelle of Milk and Its Changes During Processing, **Annual Review of Food Science and Technology**, v. 3, n. 1, p. 449–467, 2012.

DE, G ; HOLT, C, Casein Micelle Structure, Functions and Interactions, **Springer eBooks**, p. 233–276, 2003.

CORNELIS *et al*, Casein micelles and their internal structure, **Advances in Colloid and Interface Science**, v. 171-172, p. 36–52, 2012.

Microencapsulation of food bioactive components by spray drying: A review, **Drying Technology**, 2021.

GHASEMI, SOHEILA ; ABBASI, SOLEIMAN, Formation of natural casein micelle nanocapsule by means of pH changes and ultrasound, **Food Hydrocolloids**, v. 42, p. 42–47, 2014.

HOLT, CARL, An equilibrium thermodynamic model of the sequestration of calcium phosphate by casein micelles and its application to the calculation of the partition of salts in milk, **European Biophysics Journal**, v. 33, n. 5, 2004.

HORNE, DAVID S, Casein Interactions: Casting Light on the Black Boxes, the Structure in Dairy Products, **International Dairy Journal**, v. 8, n. 3, p. 171–177, 1998.



LIU, YAN ; GUO, RONG, pH-dependent structures and properties of casein micelles, **Biophysical Chemistry**, v. 136, n. 2-3, p. 67–73, 2008.

MOELLER, HENRIKE *et al*, Spray- or freeze-drying of casein micelles loaded with Vitamin D2: Studies on storage stability and in vitro digestibility, **Lebensmittel-Wissenschaft + Technologie/Food Science & Technology**, v. 97, p. 87–93, 2018.

MOHAN, M.S; J.L. JURAT-FUENTES; HARTE, F, Binding of vitamin A by casein micelles in commercial skim milk, **Journal of Dairy Science**, v. 96, n. 2, p. 790–798, 2013.

Autor(a) a ser contatado: Flávia Macêdo de Souza Moraes, Departamento de Química, Universidade Federal de Juiz de Fora – MG, 36036-900, flaviamsmacedo@hotmail.com.