# COAGULAÇÃO ÁCIDA: IMPACTO NA COMPOSIÇÃO MINERAL DO SORO

# ACID COAGULATION: IMPACT ON THE MINERAL COMPOSITION OF WHEY

Taynan Barroso Landin[1], Elisa Reis Silva de Oliveira[1], Heitor Bade Fecher Avenia Puertas[2], Italo T. Perrone[2], Alan W. Pombo[3], Rodrigo Stephani[1]

[1]Departamento de Química, Universidade Federal de Juiz de Fora, Juiz de Fora, Brasil
[2]Departamento de Ciências Farmacêuticas, Universidade Federal de Juiz de Fora, Juiz de Fora, Brasil
[3]Inovaleite, Grupo de Pesquisa Multicêntrico, Brasil

## Resumo

Os minerais são encontrados no leite associados às proteínas, na forma solúvel ou íons livres. A solubilidade dos minerais pode ser influenciada pelo pH do leite e está relacionada com a precipitação das caseínas na coagulação ácida. O objetivo desse trabalho foi estudar o impacto da coagulação ácida do leite com diferentes ácidos em diferentes pH na composição mineral do soro. O leite foi ácido com os ácidos lático, clorídrico e sulfúrico nos pH de 4,55; 4,70; 4,85 e 5,00. Após a coagulação, foi realizada a drenagem do soro para análises de pH, cálcio iônico e caracterização mineral. O pH de acidificação e o tipo de ácido utilizado influencia no teor de minerais do soro indicando uma desmineralização das massas coalhadas produzidas nos diferentes processos de coagulação.

**Palavras-chave** Ácido lático, ácido clorídrico, ácido sulfúrico, massa coalhada.

## Introdução

No leite, os minerais desempenham um papel significativo em sua estabilidade, composição, sabor e capacidade de processamento para o beneficiamento e fabricação dos diversos produtos lácteos. O estado fisiológico, a alimentação e o período de lactação em que o animal se encontra pode afetar a concentração dos minerais no leite (Cobo-Angel et al., 2014).

Os principais cátions encontrados no leite são cálcio, magnésio, sódio e potássio, e os principais ânions são fosfato, citrato e cloreto. A maior parte dos minerais presentes nas amostras de leite está associada às proteínas e outra parte na forma solúvel ou íons livres (Gaucheron, 2005; Fox; Mcsweeney, 1998). A proporção adequada entre cálcio e fósforo no leite é importante para a formação de micelas de caseína estáveis, além de contribuir para a estabilidade do leite durante o beneficiamento e processamento dos derivados lácteos. Além disso, o equilíbrio dos minerais nas fases coloidal, solúvel e íons livres é muito importante para a estabilidade do leite (Lin; Lewis; Grandison, 2006).

O soro de leite é o líquido remanescente quando a caseína é removida após a etapa de coagulação (Sgarbieri, 1996). Na coagulação ácida a redução do pH influencia na solubilidade de sais de cálcio das micelas de caseína, fazendo com que ocorra a migração do cálcio e dos fosfatos para o soro, ou seja, promovendo a desmineralização das caseínas (Singh, 2004; Vidal; Saran Netto, 2018). Durante a coagulação ácida, a intensidade da redução do pH é influenciada pela força dos ácidos adicionados, o que afeta diretamente a solubilidade dos sais de cálcio e a precipitação das caseínas. Essas variáveis têm um impacto significativo nas características finais da coalhada e do soro após a coagulação do leite. Portanto, esse trabalho teve como objetivo estudar o impacto da coagulação ácida do leite com diferentes ácidos em diferentes pH na composição mineral do soro.

**Material e Métodos**

Para o preparo das amostras, partiu-se de leite em pó desnatado de baixo tratamento térmico com a seguinte composição físico-química: gordura 0,74% (m/m), umidade 3,28% (m/m) e proteína 38,63% (m/m) com índice de soroproteína não-desnaturada (WPNI) de 7,40 mg de N/g. O cálcio iônico e cálcio iônico em pH 4,00 do leite reconstituído foi 2,83 mM e 21,00 mM respectivamente. O leite em pó foi reconstituído com água deionizada para 9% m/m de sólidos totais. Partindo do leite reconstituído armazenado por 24 horas à temperatura de 5°C, iniciou-se a acidificação do leite mantido à 5 °C sob agitação utilizando ácido lático (40% m/v), ácido clorídrico (37% m/v) e ácido sulfúrico (98% m/v) até atingir os pH de 4,55; 4,70; 4,85 e 5,00. O leite reconstituído apresentou 91,34%(m/v) de umidade, 0,24%(m/v) de gordura, 3,22%(m/v) de proteína e pH 6,65. A coagulação do leite reconstituído foi iniciada com o aumento gradual da temperatura de 5 °C até 55 °C. Após a coagulação, o aglomerado proteico precipitado (massa coalhada) foi drenado com auxílio de um pano dessorador acoplado à um sistema de filtração à vácuo por tempo padronizado de 90 segundos para separação da fase solúvel permeada (soro).

O pH das amostras de soro foi medido a temperatura ambiente (21 ± 2 °C) usando o medidor de pH PG1400 (Gehaka). O teor de cálcio iônico foi realizado utilizando o eletrodo íon seletivo portátil para cálcio LAQUAtwin (Horiba Instruments) conforme descrito por Singh et al. (2019). O eletrodo foi calibrado usando soluções padrão de cálcio de 3,74 mM (150 ppm) e 49,90 mM (2000 ppm) antes de cada experimento. A temperatura das amostras foi padronizada para 5 °C para todas as leituras.

A caracterização mineral das amostras foi medida pela técnica de Microscopia Eletrônica de Varredura acoplada a Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raio-X (MEV/EDS). Inicialmente realizou-se o preparo de uma pastilha com aproximadamente 0,5 g de cinzas das amostras. As cinzas foram comprimidas por pressão de aproximadamente 10 toneladas por 5 minutos em um Pastilhador (Specac 13 mm). Em seguida as pastilhas foram analisadas no MEV (TM3030PlusR, Hitachi) acoplado em um EDS. Foram realizadas 5 medições, sendo quatro delas nas extremidades da pastilha e outra no centro. Com os dados coletados foi possível calcular a concentração em $g.100g^{-1}$ e mM de cada mineral obtido pela análise utilizando a equação 1 e 2.

$$Mineral\ \left(\%\frac{g}{100\,g}\right) = \%massa\ x\ \frac{Resíduo\ mineral\ fixo}{100} \qquad \text{Equação 1}$$

Sendo:

Mineral (% m/m): Concentração (% m/m) do mineral em questão.
%massa: valor obtido na análise;

$$Mineral\ (mM) = Mineral\ \left(\%\frac{g}{100\,g}\right) x \frac{10000}{MM} \qquad \text{Equação 2}$$

Sendo:
Mineral (Mm) = Concentração do mineral em questão em mM;
Mineral (% m/m) = Concentração (% m/m) do mineral em questão.

**Resultados e Discussão**

O pH das amostras de soro variou de 4,37 com ácido sulfúrico a 5,18 com ácido lático. Houve diferença estatística significativa entre os ácidos e pH utilizados para acidificação do leite ($P<0,05$). As amostras acidificadas com ácido lático apresentaram maiores valores de pH, seguidas pelas amostras acidificadas com ácido clorídrico e menores valores para as amostras acidificadas com ácido sulfúrico. Os

pH dos soros estão relacionados com os pH de acidificação dos leites, sendo maiores nos tratamentos com pH 5,00 e menores nos tratamentos com pH 4,55. Todas as amostras encontram dentro da legislação que preconiza um teor de pH inferior a 6,0 para soro ácido (Brasil, 2020).

Os valores médios de cálcio iônico dos soros obtidos no processo de coagulação com diferentes ácidos e diferentes pH são apresentados na Figura 1.

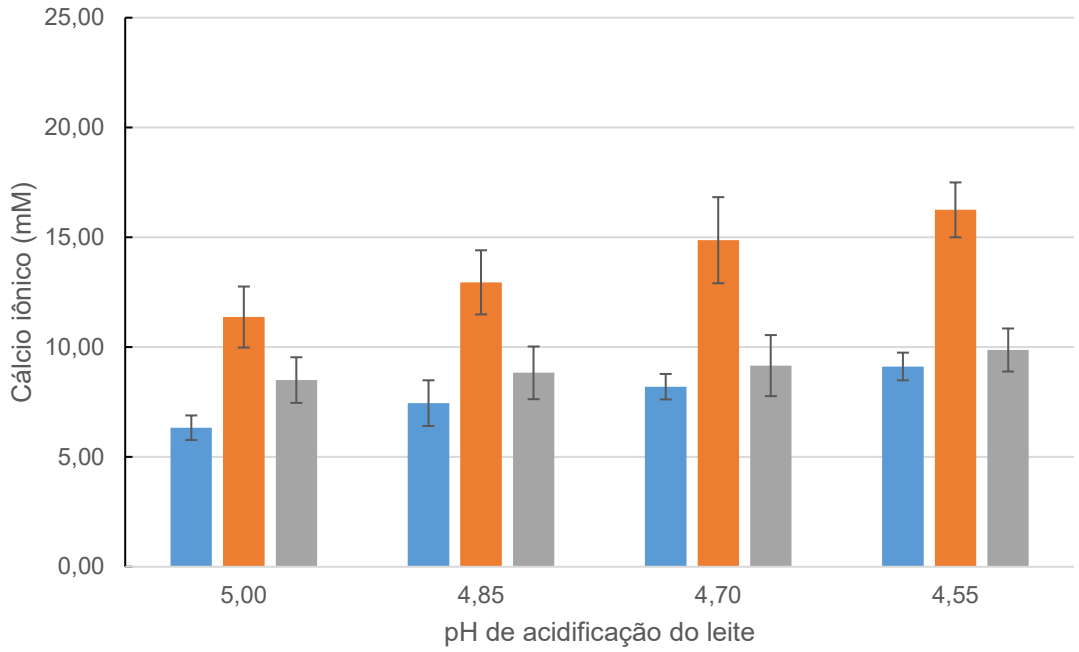



**Figura 1.** Valores médios de cálcio iônico das amostras de soro ácido com diferentes ácidos e em diferentes pH medidos na temperatura de 5°C (mM). Resultados expressos em média ± DP.

Houve diferença estatística significativa entre os tratamentos. As amostras acidificadas com ácido clorídrico apresentaram maiores valores de cálcio iônico, seguidas pelas amostras acidificadas com ácido sulfúrico e menores valores para as amostras acidificadas com ácido lático. Observa-se que nos três ácidos utilizados, os teores de cálcio iônico dos soros estão relacionados com o pH de acidificação dos leites, sendo menores nos tratamentos com pH 5,00 e maiores nos tratamentos com pH 4,55.

Além da redução do pH, a força dos ácidos utilizados faz com que o cálcio presente no leite na forma coloidal, migre pra fase solúvel e após a coagulação e separação da massa, seja encontrado no soro de leite. Assim como observado na Figura 1 que mostra os valores de cálcio iônico no leite, os valores médios de cálcio iônico do soro também foram maiores nos tratamentos acidificados com ácido clorídrico devido à sua classificação como ácido forte.

A Figuras 2 mostra os valores médios dos minerais encontrados em maiores quantidades nas amostras de cinzas dos soros obtidos no processo de coagulação com diferentes ácidos e diferentes pH pela técnica MEV/EDS. Houve diferença estatística significativa entre a distribuição mineral das amostras de cinzas dos soros obtidos no processo de coagulação com diferentes ácidos e diferentes pH.

Os valores médios de cálcio das amostras de cinzas dos soros variaram de 23,00 mM com ácido clorídrico em pH 5,00 a 48,17 mM com ácido sulfúrico em pH 4,55. Para o fósforo, houve variação de 23,17 mM com ácido clorídrico em pH 5,00 a 51,33 mM com ácido sulfúrico em pH 5,00. Os valores médios de sódio das amostras de cinzas dos soros variaram de 15,50 mM com ácido lático em pH 4,55 a 53,17 mM com ácido lático em pH 4,55. Já os valores médios de magnésio variaram de 20,00 mM com ácido clorídrico em pH 5,00 a 49,83 mM com ácido sulfúrico em pH 4,55.

As cinzas dos soros produzidos com ácido sulfúrico, apresentaram maiores valores de cálcio, fosforo e magnésio em comparação com as cinzas dos soros obtidos pelo processo de coagulação com acidificação do leite com ácido lático e clorídrico.

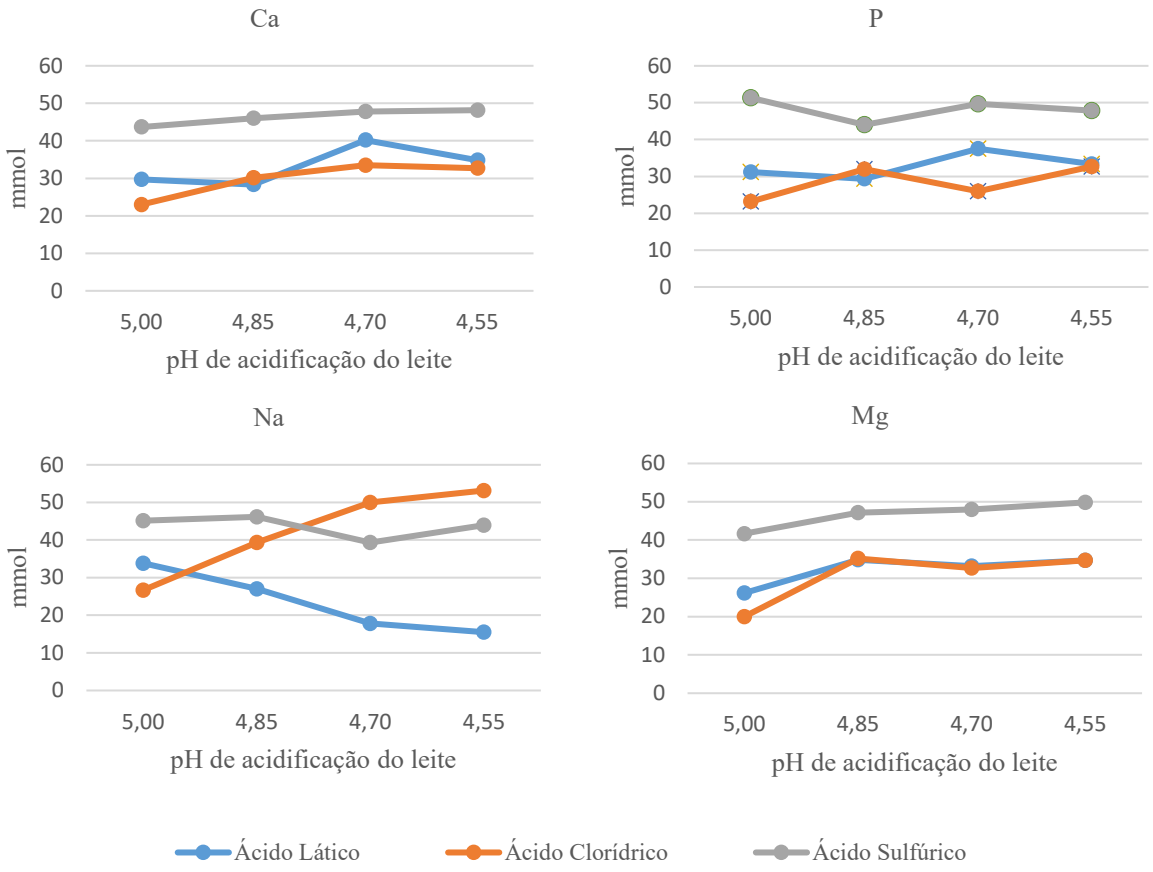



**Figura 2.** Principais minerais das cinzas dos soros obtidos no processo de coagulação com diferentes ácidos e diferentes pH (mM). Resultados expressos em média.

## Conclusão

Os soros obtidos nos tratamentos com ácido clorídrico apresentaram maiores valores de cálcio iônico. O pH de acidificação do leite influenciou na distribuição mineral das amostras de cinzas dos soros. As amostras obtidas pelo processo de acidificação do leite com ácido sulfúrico apresentaram maiores valores de cálcio, fósforo e magnésio.

A diferença significativa da quantidade de cálcio encontrada no soro e na quantidade dos demais minarias em função do pH de acidificação e do tipo de ácido indica uma influência dos mesmos na desmineralização das massas coalhadas produzidas nos diferentes processos de coagulação.

**Referências Bibliográficas** (conforme exemplos abaixo)

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução normativa nº 94, de 18 de setembro de 2020. Regulamento Técnico que fixa os padrões de Identidade e qualidade para o soro de leite e o soro de leite Ácido. **Diário Oficial da União**, Brasília, 2020.

COBO-ANGEL, C., et al. Selenium in milk and human health. **Animal Frontiers**, v. 4, n. 2, p. 38-43, 2014.

FOX, P. F.; MCSWEENWEY, P. L. H. **Dairy chemistry and biochemistry**. Blackie Academic & Professional, p. 478, 1998.

GAUCHERON, F. The minerals of milk. **Reproduction Nutrition Development**, v.45, p.473-483, 2005.

LIN, M. J.; LEWIS, M. J.; GRANDISON, A. G. Measurement of ionic calcium in milk. International **Journal of Dairy Technology**, v.59, n.3, p.192-199, 2006.

SGARBIERI, V. C. **Proteínas em alimentos protéicos: propriedades, degradações, modificações**. São Paulo – SP: Livraria Varela, 1996.

SINGH, J., et al. Ultra high temperature (UHT) stability of casein-whey protein mixtures at high protein contente: Heat induced protein interactions. **Food Research International**, v. 116, p. 103-113, 2019.

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

VIDAL, A. M. C., SARAN NETTO, A. Obtenção e processamento do leite e derivados. Universidade de São Paulo. Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos, 2018.

Autor(a) a ser contatado: Taynan Barroso Landin, doutorando em química; Universidade Federal de Juiz de Fora, Campus Universitário, Rua José Lourenço Kelmer, s/n, São Pedro, Juiz de Fora, MG, 36036-900; taynanb@yahoo.com.br