

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE JUIZ DE FORA
INSTITUTO DE CIÊNCIAS EXATAS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM QUÍMICA**

Julia Maria Pires de Matos Vitral

**Produção de doce de leite com proteína do soro microparticulada: um estudo
sobre mudanças físico-químicas e reológicas**

Juiz de Fora

2025

Julia Maria Pires de Matos Vitral

**Produção de doce de leite com proteína do soro microparticulada: um estudo
sobre mudanças físico-químicas e reológicas**

Dissertação apresentada ao
Programa de Pós-graduação
em Química da Universidade
Federal de Juiz de Fora
como requisito parcial à
obtenção do título de Mestre
em Química. Área de
concentração: Química.

Orientador: Prof. Dr. Luiz Fernando Cappa de Oliveira

Coorientador: Prof. Dr. Rodrigo Stephani

Juiz de Fora

2025

Ficha catalográfica elaborada através do programa de geração automática da Biblioteca Universitária da UFJF, com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

Vital, Julia Maria Pires de Matos .

Produção de doce de leite com proteína do soro microparticulada : um estudo sobre mudanças físico-químicas e reológicas / Julia Maria Pires de Matos Vital. -- 2025.

59 p. : il.

Orientador: Luiz Fernando Cappa de Oliveira

Coorientador: Rodrigo Stephani

Dissertação (mestrado acadêmico) - Universidade Federal de Juiz de Fora, Instituto de Ciências Exatas. Programa de Pós-Graduação em Química, 2025.

1. Doce de leite. 2. Microparticulação. 3. Proteína do soro microparticulada. 4. Textura. 5. Reologia. I. Oliveira, Luiz Fernando Cappa de, orient. II. Stephani, Rodrigo , coorient. III. Título.

Julia Maria Pires de Matos Vitral

Produção de doce de leite com proteína do soro microparticulada: um estudo sobre mudanças físico-químicas e reológicas

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Química da Universidade Federal de Juiz de Fora como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Química. Área de concentração: Química.

Aprovada em 17 de julho de 2025.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Luiz Fernando Cappa de Oliveira - Orientador
Universidade Federal de Juiz de Fora

Prof. Dr. Rodrigo Stephani - Coorientador
Universidade Federal de Juiz de Fora

Profa. Dra. Mara Rubia Costa Couri
Universidade Federal de Juiz de Fora

Dra. Patricia Blumer Zacarchenco Rodrigues de Sá
Instituto de Tecnologia de Alimentos

Juiz de Fora, 04/07/2025.



Documento assinado eletronicamente por **Luiz Fernando Cappa de Oliveira Professor(a)**, em 17/07/2025, às 15:58, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#)



Documento assinado eletronicamente por **Rodrigo Stephani Professor(a)**, em 17/07/2025, às 15:59, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Mara Rubia Costa Couri Professor(a)**, em 17/07/2025, às 16:00, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#).



Documento assinado eletronicamente por **Patrícia Blumer Zacarchenco Rodrigues de Sá Usuário Externo**, em 17/07/2025, às 16:03, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no § 3º do art. 4º do [Decreto nº 10.543, de 13 de novembro de 2020](#)



A autenticidade deste documento pode ser conferida no Portal do SEI-Uffj (www2.ufjf.br/SEI) através do ícone Conferência de Documentos, informando o código verificador **2485127** e o código CRC **FCB7A5EC**

Dedico este trabalho à minha família e aos meus amigos, cujo apoio e inspiração foram essenciais para que eu chegasse até aqui.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente eu agradeço a Deus por cada oportunidade e pela força que me guiou na superação dos desafios ao longo da minha jornada até aqui. Agradeço pelo caminho percorrido, que me permitiu conhecer pessoas incríveis e que contribuíram para meu desenvolvimento pessoal e profissional.

Agradeço aos meus pais, Rozi e Bruno, que sempre fizeram tudo ao seu alcance para tornar meus sonhos realidade e estiveram ao meu lado em cada etapa dessa caminhada. Agradeço à minha família de forma geral, por serem fortes, e pelo amor que nos une acima de qualquer coisa. Obrigada também por me apoiarem e me escutarem, mesmo quando os temas científicos que eu compartilhava pareciam completamente desconhecidos para vocês.

Faço um agradecimento em especial para a minha mãe Rozi e minha avó Rosineia, porque mesmo quando eu estava perdida, sem saber ao certo para onde caminhar, elas foram luz e iluminaram o meu caminho para que eu chegasse até aqui.

Minha eterna gratidão ao meu primo Marco Antônio (*in memoriam*), que, no tempo que esteve ao meu lado no convívio carnal, me ensinou lições valiosas—e continua me ensinando até hoje. Com ele aprendi que devemos valorizar cada momento, viver o presente com intensidade e, acima de tudo, compartilhar a felicidade com aqueles ao nosso redor.

Agradeço especialmente aos meus amigos e colegas de trabalho do Bioquimtec, somos um grupo heterogêneo, mas quando unidos podemos fazer coisas extraordinárias. Um agradecimento especial às minhas amigas Flávia, Caroline Barroso, Monisa, Carolina Neves, Vitória, Jaqueline e Letícia Barbosa, vocês foram essenciais no meu dia a dia, obrigada por toda a ajuda e apoio. Obrigada especialmente pela amizade, vocês fazem os meus dias mais felizes e leves.

Faço um agradecimento especial ao Igor e à Paola. Obrigada por terem feito parte da minha trajetória, obrigada por todo apoio e confiança. Só nós sabemos o quanto trabalhamos para chegar aqui hoje, e eu sou muito grata por ter vocês comigo nessa caminhada.

Agradeço ao CNPq, FAPEMIG, CAPES e Departamento de química da Universidade federal de Juiz de Fora. Além disso, meus sinceros agradecimentos ao

meu orientador Luiz Fernando Cappa de Oliveira e ao meu Coorientador Rodrigo Stephani. Obrigada por todos os ensinamentos e por toda confiança depositada em mim.

Por fim, um agradecimento sincero a todas as pessoas que, de alguma forma, fizeram parte dessa caminhada. Somos feitos das conexões que criamos ao longo da vida, sejam elas breves ou duradouras. Meu muito obrigada a cada um que contribuiu para esta trajetória.

RESUMO

O doce de leite é um produto lácteo originário de países da América Latina, sendo o Brasil um dos principais mercados produtores e consumidores. Esse produto é amplamente utilizado para consumo direto ou em aplicações industriais, podendo ser empregado de agentes espessantes como alternativa para modificar suas propriedades reológicas. A crescente demanda por alimentos com maior valor nutricional tem incentivado a indústria a incorporar diferentes tipos de proteínas na formulação de diversos produtos. As proteínas microparticuladas, já utilizadas na composição de alguns alimentos, destacam-se por sua elevada estabilidade térmica em comparação às proteínas nativas, além de atuarem como substitutas de gordura e auxiliarem na modificação das características organolépticas do produto, contribuindo simultaneamente para o aumento de seu valor nutricional. Este estudo teve como objetivo avaliar o impacto da substituição parcial do leite por proteína do soro concentrada (WPC) e proteína do soro microparticulada (MWP) na fabricação de doce de leite, em concentrações de 2,1% e 4,2% (m.m^{-1}), comparando suas propriedades físico-químicas e reológicas com o produto tradicional, no qual a mesma proporção de substituição foi realizada com leite em pó desnatado (SMP). Para isso, as proteínas do soro microparticuladas foram produzidas e caracterizadas, bem como os doces de leite formulados. Foram realizadas análises de tamanho de partícula e da desnaturação adicional gerada pelo processo de microparticulação nas soluções de proteína antes e após o processamento. Além disso, foram realizadas análises físico-químicas e de composição centesimal, avaliação da composição mineral das cinzas por espectroscopia de energia dispersiva (EDS), quantificação dos indicadores da reação de Maillard (HMF por HPLC-PDA), colorimetria (CIELab), índice de escurecimento, textura (TPA) e reologia. O processo de microparticulação resultou na redução do tamanho médio das partículas, de 10,62 μm para 4,88 μm , e na desnaturação adicional das proteínas α -lactalbumina e β -lactoglobulina, com índices de 62,3% e 96,5%, respectivamente. A composição dos doces de leite está alinhada com as regulamentações do Mercosul, exceto pelo teor de gordura, onde o resultado foi ligeiramente inferior. A concentração de HMF aumentou até o 15º dia de armazenamento, declinando posteriormente. O produto controle (SMP) apresentou maiores valores de índice de escurecimento e saturação de cor do que os produtos

com WPC e MWP em ambas as concentrações de substituição. Além disso, as formulações contendo WPC e, especialmente, MWP mostraram aumentos significativos na dureza, gomosidade e viscosidade aparente em relação ao doce de leite tradicional, sendo a formulação 4,2%MWP a que apresentou os maiores valores. Assim, conclui-se que a adição de MWP representa uma alternativa viável para modular as características reológicas e texturais do doce de leite sem alterar significativamente sua composição centesimal, oferecendo uma alternativa ao uso de espessantes nesse tipo de produto.

Palavras-chave: Doce de leite; Microparticulação; Proteína do soro microparticulada; Reação de Maillard; Textura; Reologia.

ABSTRACT

Doce de leite is a dairy product originated in Latin American countries, with Brazil being one of the main producers and consumers. This product is widely used for direct consumption or in industrial applications, and thickening agents can be used as an alternative to modify its rheological properties. The growing demand for foods with greater nutritional value has encouraged the industry to incorporate different types of proteins into the formulation of various products. Microparticulate proteins, already used in the composition of some foods, stand out for their high thermal stability compared to native proteins, as well as acting as fat substitutes and helping to modify the organoleptic characteristics of the product, while simultaneously contributing to increasing its nutritional value. The aim of this study was to evaluate the impact of partially replacing milk with concentrated whey protein (WPC) and microparticulated whey protein (MWP) in the manufacture of doce de leite, at concentrations of 2.1% and 4.2% (w.w⁻¹), comparing its physicochemical and rheological properties with the traditional product, in which the same proportion of substitution was made with skimmed milk powder (SMP). To this end, the microparticulated whey proteins were produced and characterized, as well as the doces de leite formulated. Analyses of particle size and the additional denaturation generated by the microparticulation process were carried out on the protein solutions before and after processing. In addition, physicochemical and centesimal composition analyses were carried out, as well as an assessment of the mineral composition of the ash by energy dispersive spectroscopy (EDS), quantification of Maillard reaction indicators (HMF by HPLC-PDA), colorimetry (CIELab), browning index, texture (TPA) and rheology. The microparticulation process resulted in a reduction in the average particle size, from 10.62 μm to 4.88 μm , and additional denaturation of the α -lactalbumin and β -lactoglobulin proteins, with rates of 62.3% and 96.5%, respectively. The composition of the doces de leite is in line with Mercosur regulations, except for the fat content, where the result was slightly lower. The concentration of HMF increased until the 15th day of storage, declining thereafter. The control product (SMP) showed higher browning index and color saturation values than the products with WPC and MWP at both substitution concentrations. In addition, the formulations containing WPC and especially MWP showed significant increases in hardness, gumminess and apparent viscosity

compared to traditional doce de leite, with the 4.2%MWP formulation showing the highest values. It is concluded that the addition of MWP represents a viable alternative for modulating the rheological and textural characteristics of doce de leite without significantly altering its centesimal composition, offering an alternative to the use of thickeners in this type of product.

Keywords: Doce de leite; Microparticulation; Microparticulated whey protein; Maillard reaction; Texture; Rheology.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1	– Fluxograma da obtenção das soluções de proteína antes (WPC) e após (MWP) o processo de microparticulação.....	25
Figura 2	– Representação esquemática da fabricação dos doces de leite.....	27
Figura 3	– Distribuição do tamanho de partícula antes e após o processo de microparticulação.....	36
Figura 4	– Doces de leite produzidos com substituição parcial do leite.....	37
Figura 5	– Parâmetros de textura (dureza e gomosidade) das amostras de doce de leite.....	47
Figura 6	– (A) Viscosidade aparente (Pa.s) das amostras de doce de leite com base na taxa de cisalhamento ascendente de $0,1 \text{ s}^{-1}$ a 100 s^{-1} , a $22 \text{ }^\circ\text{C}$ e (B) tensão de cisalhamento (Pa) com base na taxa de cisalhamento descendente variando de 100 s^{-1} a $1,0 \text{ s}^{-1}$, a $22 \text{ }^\circ\text{C}$	50

LISTA DE TABELAS

Tabela 1	– Composição proteica e característica das proteínas do soro de leite.....	20
Tabela 2	– Modo de eluição gradiente aplicado para separação e determinação das frações proteicas α -lac e β -lg.....	26
Tabela 3	– Ingredientes e formulação ($\text{g}\cdot 100\text{g}^{-1}$) utilizada na produção dos doces de leite ($n=3$)	28
Tabela 4	– Modo de eluição gradiente para a separação e determinação dos indicadores da reação de Maillard.....	33
Tabela 5	– Parâmetros físico-químicos para o doce de leite de acordo com a legislação.....	38
Tabela 6	– Análises composicionais dos doces de leite produzidos.....	39
Tabela 7	– Composição mineral ($\text{g}\cdot 100\text{g}^{-1}$) das cinzas dos doces de leite.....	40
Tabela 8	– Concentração de HMF ($\mu\text{mol}\cdot\text{kg}^{-1}$) nos doces de leite ao longo do <i>shelf life</i>	42
Tabela 9	– Luminosidade para os produtos ao longo do <i>shelf life</i>	44
Tabela 10	– Cromaticidade dos doces de leite ao longo do <i>shelf life</i>	45
Tabela 11	– Índice de escurecimento para os doces ao longo do <i>shelf life</i>	46
Tabela 12	– Parâmetros dureza e gomosidade das amostras de doce de leite obtidos durante a análise de textura.....	48
Tabela 13	– Parâmetros do modelo de Herschel-Bulkley (taxa de cisalhamento crescente) e viscosidade aparente a 100 s^{-1}	50

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

%carb	Porcentagem de carboidrato
%cinzas	Porcentagem de cinzas
%desn	Porcentagem de desnaturação proteica
%gord	Porcentagem de gordura
%prot	Porcentagem de proteína
%umid	Porcentagem de umidade
°Brix	Índice de sólidos solúveis
a*	Coordenada verde ao vermelho
α -lac	α -lactalbumina
b*	Coordenada azul ao amarelo
β -lg	β -lactoglobulina
BI	<i>Browning index</i>
BSA	Albumina do soro bovino
C*	Cromaticidade
CMP	Caseinomacropéptidos
d0	Dia da fabricação
d15	15 dias após a fabricação
d30	30 dias após a fabricação
d7	7 dias após a fabricação
Dv50	Tamanho médio das partículas
EDS	Espectroscopia de energia dispersiva de raios-X
F	2-furaldeído
FMC	2-furil-metilcetona
HMF	5-hidroximetilfurfural
HPLC	<i>High-Performance Liquid Chromatography</i>
IDF	<i>International Dairy Federation</i>
IGs	Imunoglobulina
ISSO	<i>International Organization for Standardization</i>
K	Índice de consistência
L	Luminosidade
LD	Limite de detecção

LF	Lactoferrina
MAPA	Ministério da Agricultura e Pecuária
MF	5-metil-2-furaldeído
MWP	Proteínas do soro microparticuladas
N	Índice de comportamento de fluxo
pH	Potencial hidrogeniônico
PDA	<i>Photodiode Array Detector</i>
RMF	Resíduo mineral fixo
SMP	Leite em pó desnatado
TCA	Ácido tricloroacético
TFA	Ácido trifluoroacético
TPA	<i>Texture Profile Analysis</i>
UV-Vis	Ultravioleta - Visível
WPC	Proteínas do soro concentradas
η_{ap}	Viscosidade aparente

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	18
2	REFERENCIAL TEÓRICO	19
2.1	PROTEÍNAS DO SORO	19
2.2	MICROPARTICULAÇÃO	21
2.3	DOCE DE LEITE	22
3	OBJETIVOS	23
3.1	OBJETIVO GERAL	23
3.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	23
4	METODOLOGIA	24
4.1	MICROPARTICULAÇÃO DAS PROTEÍNAS DO SORO DO LEITE	24
4.1.1	Avaliação da distribuição do tamanho de partícula	25
4.1.2	Determinação das frações proteicas α-lac e β-lg	25
4.2	FABRICAÇÃO DOS DOCES DE LEITE	27
4.3	ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS E DE COMPOSIÇÃO CENTESIMAL	29
4.3.1	Umidade	29
4.3.2	Índice de sólidos solúveis	29
4.3.3	pH	29
4.3.4	Acidez	29
4.3.5	Gordura	30
4.3.6	Proteína	30
4.3.7	Resíduo mineral fixo	30
4.3.8	Carboidratos	31
4.4	COMPOSIÇÃO MINERAL DAS CINZAS POR ESPECTROSCOPIA DE ENERGIA DISPERSIVA DE RAIOS-X (EDS)	31
4.5	QUANTIFICAÇÃO DOS INDICADORES DA REAÇÃO DE MAILLARD	32
4.5.1	Parâmetros cromatográficos	32
4.5.2	Preparo de amostra	33
4.6	COLORIMETRIA	33
4.7	ÍNDICE DE ESCURECIMENTO	34
4.8	TEXTURA	34
4.9	REOLOGIA	34
4.10	ANÁLISE ESTATÍSTICA	35
5	RESULTADOS E DISCUSSÕES	36
5.1	MICROPARTICULAÇÃO DAS PROTEÍNAS DO SORO DO LEITE	36

5.2	FABRICAÇÃO DOS DOCES DE LEITE.....	37
5.3	ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS E DE COMPOSIÇÃO CENTESIMAL	38
5.4	COMPOSIÇÃO MINERAL DAS CINZAS POR POR ESPECTROSCOPIA DE ENERGIA DISPERSIVA DE RAIOS-X (EDS)	39
5.5	QUANTIFICAÇÃO DOS INDICADORES DA REAÇÃO DE MAILLARD.....	41
5.6	COLORIMETRIA.....	42
5.7	ÍNDICE DE ESCURECIMENTO.....	45
5.8	TEXTURA.....	46
5.9	REOLOGIA.....	48
6	CONCLUSÃO	51
	REFERÊNCIAS.....	53
	APÊNDICE – Súmula Curricular.....	57

1 INTRODUÇÃO

O doce de leite é um produto lácteo vastamente comercializado na América do Sul, sendo o Brasil um dos principais mercados produtores e consumidores (Inovaleite, 2022; Durco et al., 2021). Esse produto pode ser utilizado para consumo direto ou em aplicação pela indústria de alimentos (Gaze et al., 2015). Assim, diante da grande variabilidade na cadeia produtiva deste alimento, se torna indispensável o controle de suas características para atender as demandas dos consumidores. No caso do doce de leite destinado a confeitaria, é importante que ele tenha a capacidade de ser moldado, o que muitas vezes exige a adição de espessantes (Stephani et al., 2019).

A busca por alimentos com maior valor nutricional tem levado a indústria a incorporar diferentes tipos de proteínas na fabricação de diversos produtos, sem a alteração de suas características originais. No entanto, algumas proteínas, como as do soro do leite, possuem alta taxa de desnaturação térmica, o que pode gerar características indesejadas no produto (Çakir-Fuller, 2015; Dissanayake; Liyanaarachchi; Vasiljevic, 2012). Para contornar esse problema, a microparticulação surge como uma alternativa, uma vez que as proteínas microparticuladas já estão desnaturadas, reduzindo problemas como a separação de fases (Kerche; Weterings; Beyrer, 2016). Essas proteínas modificadas podem ser substitutas de gordura nos alimentos, pois suas partículas garantem características semelhantes, além de ser uma alternativa aos espessantes, já que estas alteram a viscosidade do produto ao mesmo tempo que elevam o seu valor nutricional (Hossain et al., 2020, Sun et al., 2015; Toro-Sierra; Schumann; Kulozik, 2013).

2 REFERENCIAL TEÓRICO

O referencial teórico abordará os seguintes temas: proteínas do soro, microparticulação e doce de leite.

2.1 PROTEÍNAS DO SORO

O Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA) através do regulamento técnico fixa os padrões de identidade e qualidade do soro de leite, sendo este definido como o produto lácteo líquido extraído da coagulação do leite durante a fabricação de queijo, caseína alimentar e produtos similares, conforme descrito na Instrução Normativa (IN) 94 de 18 de setembro de 2020, vigente no atual momento (Brasil, 2020). Posteriormente a IN 94 foi alterada e retificada em relação ao anexo I que dispõe dos parâmetros físico-químicos do soro do leite. A primeira retificação foi publicada 19 de janeiro de 2021, sendo posteriormente alterada pela portaria nº 386, de 25 de agosto de 2021 para os parâmetros de acidez dos produtos. A próxima alteração foi feita pela portaria SDA/MAPA nº 658, de 21 de setembro de 2022, para o parâmetro de sólidos totais para o soro de leite ácido e para o soro concentrado, além também para o teor de lactose do soro de leite em pó parcialmente deslactosado. No ano de 2024 foi feita a última alteração com retificação da IN 94, até o momento atual, entrando em vigor a portaria SDA/MAPA nº 1016, de 14 de fevereiro de 2024, modificando apenas as redações das tabelas do anexo I.

O perfil proteico do soro é demonstrado na Tabela 1, onde estão dispostas as proteínas do soro com as respectivas concentrações, massa molar, ponto isoelétrico e temperatura de desnaturação. Essas proteínas são classificadas como sendo de alto valor biológico, visto que elas apresentam uma apreciável concentração de aminoácidos essenciais em sua composição (Devries; Phillips, 2015). A β -lactoglobulina (β -lg) e a α -lactalbumina (α -lac) são as principais proteínas do soro em proporção, representando aproximadamente 70% do total, como pode ser observado na Tabela 1.

Tabela 1 - Composição proteica e característica das proteínas do soro de leite.

Proteína	Concentração (%)	Massa Molar (kDa)	Ponto isoelétrico	Temperatura de desnaturação (°C)
β -lactoglobulina (β -lg)	48 – 58	18,3	5,4	75
α -lactalbumina (α -lac)	13 – 19	14,2	4,4	30 – 60
Caseinomacropéptídeos (CMP)	12 – 20	6,8	<4,1	-
Imunoglobulina (IGs)	8 - 12	150	5,1	-
Albumina do soro bovino (BSA)	6 - 7	66,4	5 – 8	60
Lactoferrina (LF)	1 - 3	83	7,9	62 – 90

Fonte: Adaptado de (Bonnaillie; Tomasula, 2008; Tavares, 2020).

A β -lg é uma proteína globular, sendo a mais abundante na composição proteica do soro do leite, compondo aproximadamente 50% das proteínas totais. A sua estrutura é diretamente dependente do pH e temperatura do meio. Esta apresenta um ponto isoelétrico de 5,4 e temperatura de desnaturação de 75 °C, além de possuir 5 resíduos de cisteína, sendo que 4 deles estão ligados entre si, gerando uma maior estabilidade (Tavares, 2020). Essa proteína apresenta a forma de dímero no pH do leite, porém ocorre a dissociação em monômeros quando é desnaturada (Kontopidis; Holt; Sawyer, 2004). O aumento da temperatura no meio leva a exposição dos grupos reativos tióis (-SH) provenientes da cisteína, gerando a desnaturação dessas e posterior agregação (Anema, 2020).

A α -lac, também classificada como uma proteína globular, representa aproximadamente 15% das proteínas totais presentes no soro do leite. Apresenta ponto isoelétrico de 4,4, temperatura de desnaturação variando entre 30 °C e 60 °C e 8 resíduos de cisteína, onde todos estão fazendo ligação de dissulfeto, garantindo uma maior estabilidade (Freitas, 2013; Tavares, 2020).

Essas proteínas têm sido amplamente utilizadas pela indústria de alimentos devido ao seu alto valor nutricional, porém, uma limitação referente à utilização dessas proteínas é a sua desestabilização térmica causada pelas baixas temperaturas de desnaturação, o que pode levar a problemas no produto final, como a separação de fases e precipitação (Çakir-Fuller, 2015; Dissanayake; Liyanaarachchi; Vasiljevic, 2012). Assim, uma alternativa já utilizada para diminuir a

taxa de desnaturação térmica das proteínas do soro de leite é a microparticulação (Kerche; Weterings; Beyrer, 2016).

2.2 MICROPARTICULAÇÃO

As proteínas microparticuladas (MWP) são obtidas a partir do processo conhecido como microparticulação, o qual envolve a desnaturação e agregação destas partículas por aquecimento, seguido por etapas de cisalhamento intenso, pela aplicação de uma força mecânica, para interromper a agregação e fragmentar os agregados formados durante o aquecimento (Walstra, 2003; Shewan; Stokes, 2013). Além disso, o ajuste de pH e da concentração proteica e salina também desempenham um papel fundamental nesse processo (Nunes; Tavares, 2019; Sampson; Cooke, 1992; Toro-Sierra; Schumann; Kolozik, 2013).

Como resultado, as MWPs tornam-se uma combinação de proteínas desnaturadas e nativas, com tamanhos de partículas variando entre 0,1 μm e 10 μm (Renard et al., 2002; Sun et al., 2015). A combinação de proteínas nativas e agregadas, obtidas a partir do processo de microparticulação, pode conferir maior resistência ao tratamento térmico das proteínas, uma vez que há uma redução dos grupos tiol livres, os quais são responsáveis pelas ligações que geram a desnaturação proteica (Dissanayake; Vasiljevic, 2009; Paula et al., 2024).

As modificações estruturais das proteínas durante o processo de microparticulação resultam em produtos com propriedades funcionais distintas das do material de partida (Considine et al., 2007). As proteínas microparticuladas apresentam maior estabilidade térmica e diferentes funcionalidades em comparação às proteínas nativas, como uma atividade emulsificante aprimorada e melhores propriedades de gelificação (Chung; Degner; McClements, 2014).

Estudos relatam o uso da MWP em diversos produtos, como iogurte, queijo, molho para salada e sorvete (Sánchez-Obando et al., 2020; Sun et al., 2015; Torres et al., 2011). Entretanto, ainda não existem estudos de aplicação destes ingredientes na matriz doce de leite.

2.3 DOCE DE LEITE

O doce de leite é definido como sendo um produto com ou sem adição de outras substâncias alimentícias, obtido por concentração e ação do calor à pressão normal ou reduzida do leite ou leite reconstituído, com ou sem adição de sólidos de origem láctea e/ou creme, e adicionado de sacarose (parcialmente substituída ou não por monossacarídeos e/ou outros dissacarídeos) (Brasil, 1997).

Este produto é largamente comercializado na América do Sul, destacando-se o Brasil, a Argentina e o Uruguai como os maiores mercados consumidores e produtores desse alimento (Lima et al., 2020). Dentre estes, o Brasil é considerado o maior produtor, destacando a região de Minas Gerais, sendo responsável por mais de 60% de toda a fabricação nacional (Inovaleite, 2022; Durco et al., 2021). Esse produto possui uma grande variabilidade das características físico-químicas e sensoriais, visto que são produzidos, em sua maior parte, por pequenos produtores, possuindo uma grande variação em sua linha de processamento (Carneiro et al., 2021; Perrone et al., 2011).

O doce de leite pode ser utilizado para consumo direto ou em aplicação pela indústria de alimentos, assim manter um controle das características do produto é fundamental (Gaze et al., 2015). O doce destinado a confeitaria deve atender a algumas características específicas, como a alta viscosidade, principalmente para fornecer a habilidade de ser moldado, por esse motivo ele pode ser adicionado de espessantes/estabilizantes e/ou umectantes (Stephani et al., 2019).

O crescente desenvolvimento de alimentos com maior valor nutricional tem levado a indústria a buscar alternativas para substituir certos componentes por opções mais vantajosas (Leddomado et al., 2021). Dito isso, no contexto da formulação do doce de leite, a proteína do soro do leite microparticulada surge como uma possível alternativa na substituição de espessantes, visto que esta pode modificar a viscosidade do produto ao mesmo tempo em que contribui para o aumento do seu valor nutricional (Hossain et al., 2020). Além disso, essa proteína tem potencial para reduzir o teor de gordura, aprimorar o sabor e melhorar a capacidade emulsificante dos alimentos (Dissanayake; Liyanaarachchi; Vasiljevic, 2012; Sun et al., 2015; Toro-Sierra; Schumann; Kulozik, 2013).

3 OBJETIVOS

Os objetivos do trabalho foram separados em objetivo geral e objetivos específicos.

3.1 OBJETIVO GERAL

O presente trabalho tem como objetivo substituir parcialmente o leite por proteína do soro do leite concentrada (WPC, do inglês *Whey Protein Concentrate*) e proteína do soro do leite microparticulada (MWP, do inglês *Microparticulated Whey Protein*) no processo de fabricação do doce de leite em duas concentrações de substituição (2,1% e 4,2% (m.m⁻¹)) e avaliar como esta substituição influencia as características físico-químicas e reológicas do produto final em comparação com o doce de leite convencional.

3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Realizar a aplicação de WPC e MWP na fabricação de doce de leite em duas concentrações de substituição (2,1% e 4,2% (m.m⁻¹));
- Avaliar as características físico-químicas e a composição centesimal dos doces produzidos;
- Determinar a composição mineral das cinzas dos doces via espectroscopia de energia dispersiva de raios-X (EDS);
- Quantificar os marcadores da reação de Maillard, sendo estes HMF (5-hidroximetilfurfural); F (2-furaldeído), FMC (2-furil-metilcetona); MF (5-metil-2-furaldeído) por cromatografia líquida de alta eficiência durante o *shelf life* do produto (d0, d7, d14 e d30);
- Determinar cor, através do índice de escurecimento dos doces de leite durante o *shelf life* (d0, d7, d14 e d30);
- Realizar análises reológicas e de textura dos doces de leite com os diferentes tipos de substituintes.

4 METODOLOGIA

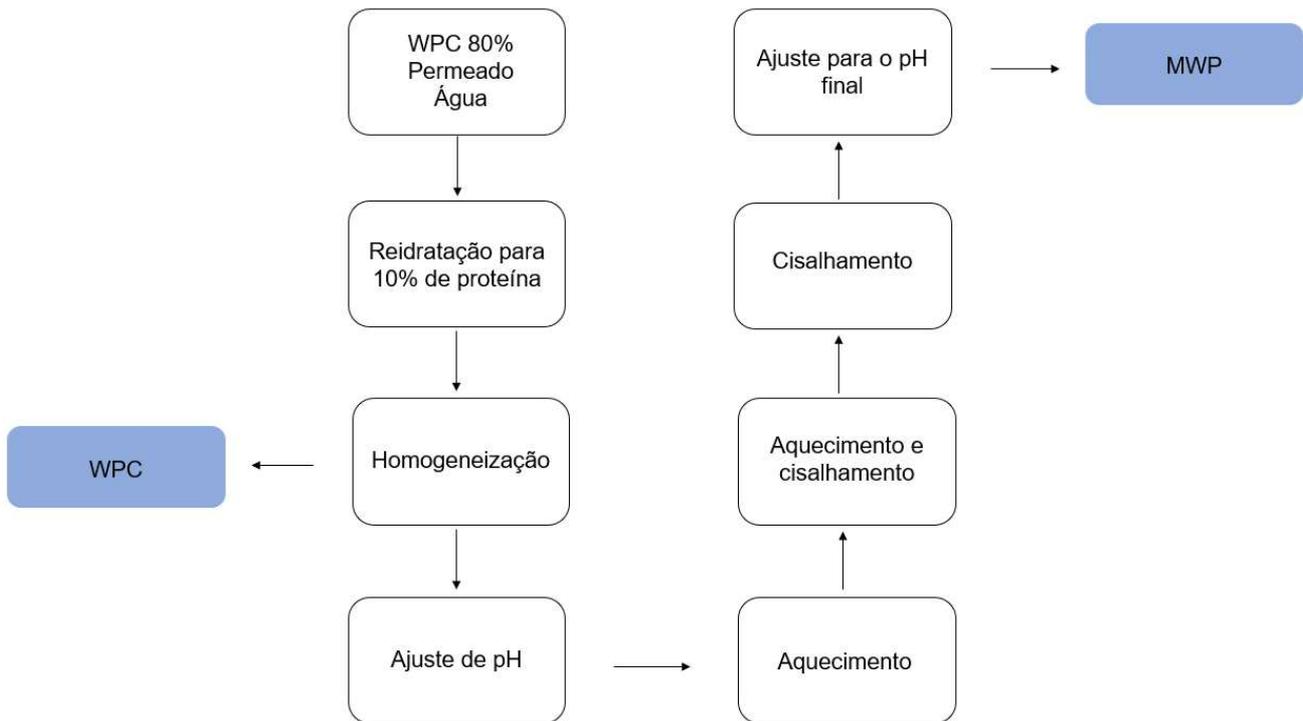
A metodologia proposta para a microparticulação das proteínas do soro do leite e para a produção dos doces de leite são descritas neste tópico, além das análises realizadas nos produtos.

4.1 MICROPARTICULAÇÃO DAS PROTEÍNAS DO SORO DO LEITE

Inicialmente pesou-se 753,72 g de água deionizada, 122,62 g de WPC80% (do inglês, *Whey Protein Concentrate* com 80% (m.m⁻¹) de proteína; fabricado por Sooro Renner Nutrição S.A. (Mal. Cândido Rondon - PR, Brasil)) e 77,38 g de permeado de soro de leite (Fabricado por Sooro Renner Nutrição S.A. (Mal. Cândido Rondon - PR, Brasil)). Os pós foram misturados entre si e posteriormente solubilizados em água deionizada, ficando sob agitação constante por 1 hora. A solução final continha 10% (m.m⁻¹) de proteína e 20% (m.m⁻¹) de sólidos totais. Esta foi armazenada a uma temperatura de 7 ± 2 °C por 24 horas para garantir uma melhor hidratação dos pós. Após esse tempo, a solução passou por um processo de homogeneização sem pressão, em que foi obtido o substituinte denominado WPC utilizado neste estudo. Seguindo para a produção do MWP, ocorreu um ajuste de pH e posteriormente aplicou-se um aquecimento seguido da primeira taxa de cisalhamento com aquecimento, e depois, uma segunda sem aquecimento. Finalmente a solução teve o pH ajustado de acordo com o pH do leite utilizado na fabricação do doce de leite, obtendo como produto o MWP. A Figura 1 representa as etapas de microparticulação da solução.

Para a caracterização das proteínas do soro do leite antes e após o processo de microparticulação, foram realizadas análises de tamanho de partícula e taxa de desnaturação adicional gerada pelo processo de microparticulação a partir da determinação do conteúdo de α -lac e β -lg.

Figura 1 - Fluxograma da obtenção das soluções de proteína antes (WPC) e após (MWP) o processo de microparticulação.



Fonte: Elaborado pela autora (2025).

4.1.1 Avaliação da distribuição do tamanho de partícula

A avaliação da distribuição do tamanho de partícula foi realizada em um analisador de tamanho de partículas por difração a laser LS13320 (Beckman Coulter), acoplado ao módulo líquido Aqueous liquid module (Beckman Coulter), localizado no Departamento de Química, Universidade Federal de Juiz de Fora. As soluções antes e após o processo de microparticulação (WPC e MWP) foram adicionadas diretamente ao reservatório do equipamento para a leitura. O modelo matemático utilizado para a obtenção dos resultados foi o Fraunhofer, que utiliza um índice de refração de 1,333 para o meio dispersante, sendo este modelo utilizado quando o índice de refração das partículas não é conhecido. A aquisição dos resultados foi realizada no software Beckman Coulter versão 5.03, sendo os resultados representados como o tamanho médio das partículas (Dv50).

4.1.2 Determinação das frações proteicas α -lac e β -lg

A determinação da desnaturação proteica a partir da separação e quantificação das proteínas do soro α -lac e β -lg das soluções antes e após o processo de microparticulação foi realizada utilizando um método por HPLC (do inglês, *High-Performance Liquid Chromatography*) de fase reversa. Foi utilizado um equipamento modelo 1525 (Waters), com um detector UV-Vis (PDA- *Photodiode Array Detector*) e equipado com uma bomba binária, localizado no Departamento de Química, na Universidade Federal de Juiz de Fora. A separação utilizou uma coluna Phenomenex Luna 5 μ m (250 mm \times 4,6 mm) 100 Å, mantida a 40 °C. Um fluxo de 0,5 mL.min⁻¹ foi utilizado, com um volume de injeção de 20 μ L e os analitos foram detectados no comprimento de onda de 214 nm (De Paula et al., 2024).

Para a eluição foi utilizado um gradiente conforme descrito na Tabela 2, onde o solvente A consistiu em 0,1% de TFA em água ultrapura e o solvente B em 0,09% de TFA em 90% de acetonitrila e 10% de água ultrapura (De Paula et al., 2024).

Tabela 2 - Modo de eluição gradiente aplicado para separação e determinação das frações proteicas α -lac e β -lg.

Tempo (min)	Fluxo (mL.min ⁻¹)	Solvente A (%)	Solvente B (%)
0	0,5	80	20
3	0,5	60	40
5	0,5	55	45
7	0,5	50	50
9	0,5	20	80
14	0,5	80	20
15	0,5	80	20

Fonte: Adaptado de De Paula et al., 2024.

A determinação da porcentagem de desnaturação proteica adicional, gerada pelo processo de microparticulação, foi calculada baseada nos resultados obtidos a partir da quantificação de cada uma das frações proteicas antes e após o processo de microparticulação das proteínas conforme Equação 1 (Çakir-Fuller, 2015).

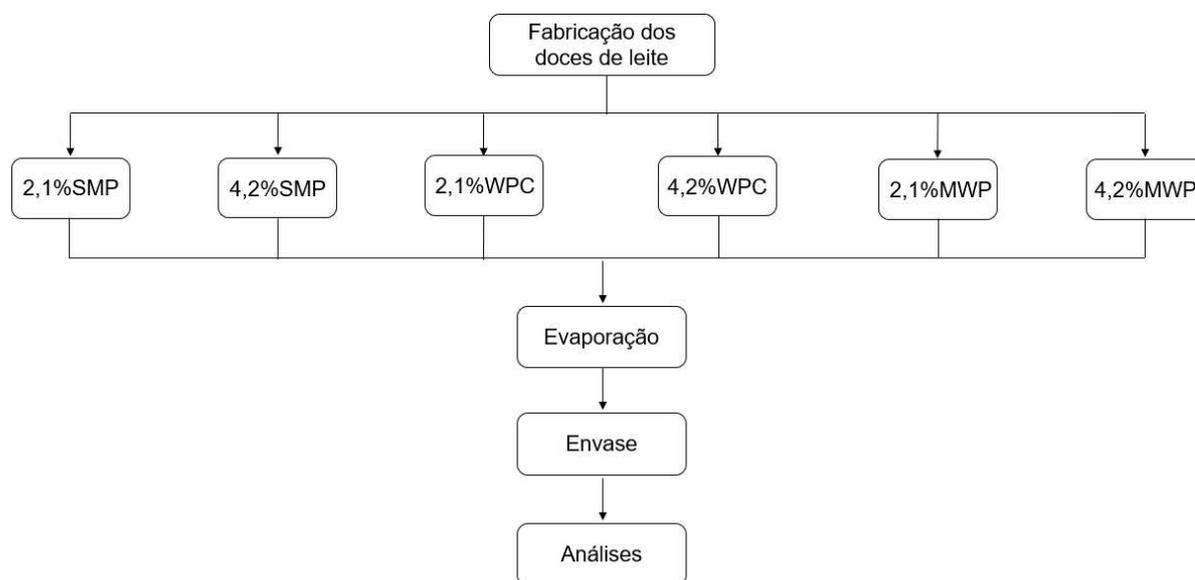
$$\text{Equação 1:} \quad \%desn = 1 - \frac{\text{microparticulado}}{\text{não microparticulado}} \times 100$$

Onde microparticulado seria a concentração de cada uma das frações proteicas depois do processo de microparticulação e o não microparticulado a concentração de cada uma das frações proteicas antes do processo de microparticulação.

4.2 FABRICAÇÃO DOS DOCES DE LEITE

Foram produzidas seis amostras de doce de leite (n=3) utilizando um simulador de processo Thermomix (TM5) acoplado a uma célula de carga (Pinto et al., 2021). O doce de leite foi fabricado a partir da substituição parcial de leite em 2,1% e 4,2% da massa total da mistura por leite em pó desnatado (SMP), considerado produto de controle, por concentrado proteico de soro de leite (WPC) ou pela proteína microparticulada de soro de leite (MWP) (Figura 2). O SMP, o WPC e o MWP foram preparados para atingir um total de 10% (m.m⁻¹) de teor de proteína. Na Tabela 3 está representada a quantidade de cada material usado para a fabricação do doce de leite.

Figura 2 - Representação esquemática da fabricação dos doces de leite.



Fonte: Elaborado pela autora (2025).

Legenda: 2,1%SMP e 4,2%SMP substituição de 2,1% e 4,2% da massa total da mistura por leite em pó desnatado reconstituído respectivamente, 2,1%WPC e 4,2%WPC substituição de 2,1% e 4,2% da massa total da mistura pela solução antes da microparticulação respectivamente, 2,1%MWP e 4,2%MWP substituição de 2,1% e 4,2% da massa total da mistura pela solução depois da microparticulação respectivamente.

Tabela 3 - Ingredientes e formulação (g.100g⁻¹) utilizada na produção dos doces de leite (n=3).

Ingredientes	Formulação 2,1%	Formulação 4,2%
Leite pasteurizado	81,1	79,0
SMP, WPC ou MWP (reidratados para 10% de proteína)	2,1	4,2
Sacarose	16,7	16,7
Bicarbonato de sódio	0,1	0,1

Fonte: Elaborado pela autora (2025).

Legenda: SMP - leite em pó desnatado; WPC - proteína concentrada do soro de leite; MWP - proteína microparticulada do soro de leite.

Para o preparo do leite em pó desnatado reconstituído pesou-se 44,78 g de leite em pó, em seguida este foi reconstituído em 105,22 g de água para obter uma solução com teor de 10% (m.m⁻¹) de proteína.

Já para o preparo da solução antes da microparticulação pesou-se 753,72 g de água, 122,62 g de WPC80% e 77,38 g de permeado de soro de leite. A solução foi obtida após o processo de homogeneização, como descrito no tópico 4.1 deste trabalho. Essa solução continha 10% (m.m⁻¹) de proteína como na solução de leite em pó desnatado.

O processo de microparticulação da proteína do soro do leite foi realizado conforme descrito no tópico 4.1 deste trabalho, com um teor de proteína de 10% (m.m⁻¹) e teor de sólidos de 20% (m.m⁻¹).

O leite utilizado na fabricação do doce de leite apresentava a seguinte composição média: 3,14 ± 0,16% (m.m⁻¹) de gordura, 3,13 ± 0,10% (m.m⁻¹) de proteína, 4,18 ± 0,16% (m.m⁻¹) de lactose, 87,89 ± 0,21% (m.m⁻¹) de umidade e 6,68 ± 0,09 de pH. As análises foram realizadas em cada um dos lotes de leite utilizados para a fabricação do doce de leite.

Nos doces de leite produzidos foram realizadas análises físico-químicas e de composição centesimal (umidade, índice de sólidos solúveis (°Brix), pH, acidez, gordura, proteína, carboidrato e cinzas), composição mineral das cinzas, quantificação dos indicadores da reação de Maillard, colorimetria, índice de escurecimento, textura e reologia.

4.3 ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS E DE COMPOSIÇÃO CENTESIMAL

As análises físico-químicas e de composição centesimal foram realizadas na Universidade Federal de Juiz de Fora, com exceção da análise de proteína. Dentre elas, foram realizadas análises de umidade, índice de sólidos solúveis (°Brix), pH, acidez, gordura, proteína, resíduo mineral fixo e carboidratos dos doces produzidos, conforme descrição do tópico anterior.

4.3.1 Umidade

A umidade dos doces de leite foi determinada por meio de uma balança termogravimétrica, com aquecimento infravermelho, modelo MA 150 (Sartorius). Esse equipamento monitora a variação da massa em função da temperatura previamente programada. A temperatura utilizada foi 145 °C, e o valor de umidade foi determinado quando foi observada a primeira variação de 0,05 g de perda de água ou menor. A análise foi realizada em duplicata.

4.3.2 Índice de sólidos solúveis

O índice de sólidos solúveis (°Brix) foi determinado por refratometria, utilizando um refratômetro digital HI96801 (Hanna). As medidas foram realizadas de forma direta, sendo as amostras adicionadas ao leitor do equipamento individualmente. As leituras foram obtidas em temperatura de 22 ± 1 °C. A análise foi realizada em duplicata.

4.3.3 pH

As medidas de pH das amostras foram feitas com um pHmetro digital portátil PH1400 (Gehaka). A análise foi realizada em duplicata.

4.3.4 Acidez

Para a determinação da acidez foi preparada uma solução dos doces, onde pesou-se 10 g de amostra e foram adicionados 10 mL de água deionizada a uma temperatura aproximada de 60 °C. Após o preparo, esta foi titulada com uma solução de 0,1 mol.L⁻¹ de hidróxido de sódio até obter o pH de 8,30. O volume do

titulante gasto foi anotado, e em seguida a acidez pode ser calculada em g de ácido láctico por 100 g de amostra pela Equação 2 (ISO; IDF, 2012). A análise foi realizada em duplicata.

$$\text{Equação 2:} \quad \text{acidez} = \frac{v \times 0,9}{m}$$

Sendo, v o volume de hidróxido de sódio adicionado e m a massa de doce de leite pesada para a análise.

4.3.5 Gordura

O teor de gordura dos produtos foi medido utilizando uma metodologia com butirômetro Gerber. Inicialmente foi realizado o preparo de uma solução 20% (m.v⁻¹) de doce de leite diluída em água deionizada. No butirômetro foi adicionado 10 mL de ácido sulfúrico, 11 mL da solução de doce de leite e, por fim, 1 mL de álcool isoamílico. A vidraria foi então fechada com o auxílio de uma rosca, a mistura foi homogeneizada manualmente, e após essa etapa, o butirômetro foi levado à centrífuga por 4 minutos. Posteriormente, este foi adicionado ao banho-maria a aproximadamente 63 °C por 5 minutos, onde em seguida foi realizada a leitura na graduação da vidraria (Horwitz, 2016). A análise foi realizada em duplicata.

4.3.6 Proteína

O teor de proteína foi realizado em um laboratório credenciado. A metodologia usada foi a ISO8968-1. A análise foi realizada em duplicata.

4.3.7 Resíduo mineral fixo

O resíduo mineral fixo (cinzas) dos doces de leite foi determinado em forno mufla Q318M21 (Quimis). Antes da realização da análise foi necessário aquecer o cadinho em uma temperatura de 550 °C por 30 minutos. Após esse período, o cadinho foi colocado em um dessecador para resfriamento e, em seguida, foi pesado (m₁). Para a análise, pesou-se 5 g de doce de leite (m_{doce}) e o mesmo foi colocado na mufla para aquecimento em 550 °C até a total incineração. O tempo de incineração foi de no mínimo 6 horas ou até obter cinzas completamente brancas.

Quando as cinzas eram obtidas, o cadinho era retirado da mufla e posto em dessecador até resfriar. Após o resfriamento, o recipiente era pesado com as cinzas (m_2). Assim, a porcentagem foi determinada pela Equação 3 (Brasil, 2014). A análise foi realizada em duplicata.

$$\text{Equação 3:} \quad \%cinzas = \frac{(m_2 - m_1) \times 100}{m_{doce}}$$

4.3.8 Carboidratos

A análise de carboidratos totais foi realizada pelo método da diferença. Os valores de umidade (%umid), proteína (%prot), gordura (%gord) e resíduo mineral fixo (%cinzas) foram subtraídos de 100% resultando assim na porcentagem de carboidratos presentes no doce, conforme descrito pela Equação 4.

$$\text{Equação 4:} \quad \%carb = 100 - (\%umid + \%prot + \%gord + \%cinzas)$$

4.4 COMPOSIÇÃO MINERAL DAS CINZAS POR ESPECTROSCOPIA DE ENERGIA DISPERSIVA DE RAIOS-X (EDS)

Primeiramente, antes da realização da técnica de EDS, foi preciso realizar a maceração e o preparo de uma pastilha para quantificação da composição mineral das cinzas. Para isso, pesou-se aproximadamente 0,5 g das cinzas, a qual foi comprimida por pressão de aproximadamente 10 toneladas por 5 minutos em um pastilhador. A pastilha obtida foi analisada em um microscópio eletrônico de varredura, modelo TM3030Plus (Hitachi) acoplado em um sistema de espectroscopia de energia dispersiva de raios-X, localizado no Departamento de Ciências Farmacêuticas, na Universidade Federal de Juiz de Fora. A análise foi realizada em duplicata, onde foram feitas 5 medições, sendo quatro nas extremidades da pastilha e uma no centro. Como resultado são obtidos espectros que mostram os elementos presentes e suas respectivas proporções. Com os dados coletados foi possível calcular a concentração em $\text{g} \cdot 100\text{g}^{-1}$ de cada mineral obtido através da análise utilizando a Equação 5 (De Paula et al., 2021a).

Equação 5:
$$\frac{g}{100g} = \%massa \times \frac{RMF}{100}$$

Onde, %massa é o valor obtido no equipamento e RMF é o valor obtido pela análise de cinzas.

4.5 QUANTIFICAÇÃO DOS INDICADORES DA REAÇÃO DE MAILLARD

Foram determinados quatro indicadores da reação de Maillard: 5-hidroxiacetilfurfural (HMF), 2-furaldeído (F), 2-furil-metilcetona (FMC) e 5-metil-2-furaldeído (MF) nas amostras de doce de leite. A quantificação desses indicadores foi realizada após a produção (d0) e durante diferentes dias de estocagem (d7, d15 e d30). Para a quantificação foi utilizada a metodologia proposta descrita na literatura (Pinto et al., 2024). Curvas analíticas foram preparadas para a determinação dos indicadores em todos os tempos de análise. Os dados analíticos foram gerados pelo software Empower™ e tratados no software Microsoft Excel.

4.5.1 Parâmetros cromatográficos

A quantificação dos analitos foi feita por HPLC de fase reversa, utilizando um equipamento modelo 1525 (Waters), com um detector UV-Vis (PDA – *Photodiode Array Detector*), localizado no Departamento de Química, na Universidade Federal de Juiz de Fora. Para a eluição foi utilizado um gradiente conforme descrito na Tabela 4, em um fluxo de 1 mL.min⁻¹, coluna Waters Spherisorb (150 mm x 4,6 mm; com tamanho de partícula de 3 µm), temperatura de 30 °C, volume de injeção de 20 µL e os analitos foram detectados no comprimento de onda de 284 nm (Celestino et al., 2024; Pinto et al., 2024).

Foram utilizados como padrões os compostos HMF, F, FMC e MF, além do solvente acetonitrila como fase móvel. Todos os insumos foram adquiridos da Sigma-Aldrich, com grau analítico.

Tabela 4 - Modo de eluição gradiente para a separação e determinação dos indicadores da reação de Maillard.

Tempo (min)	Fluxo (mL.min ⁻¹)	Água (%)	Acetonitrila (%)
0	1,0	95,5	4,5
5	1,0	80,0	20,0
9	1,0	95,5	4,5
10	1,0	95,5	4,5

Fonte: Pinto et al., 2024.

4.5.2 Preparo de amostra

Foi feito um preparo de solução, onde 1 g de doce de leite foi transferido para um balão volumétrico de 10 mL e o menisco ajustado com água ultrapura. Em seguida, uma alíquota de 1 mL foi retirada dessa solução e diluída com 200 µL de água ultrapura em um eppendorf. Essa solução foi misturada em vórtex por 20 segundos. Posteriormente, adicionou-se 300 µL de ácido tricloroacético (TCA) 55% (m.v⁻¹) e a amostra foi novamente misturada em vórtex por mais 20 segundos. Essa solução foi centrifugada por 10 minutos e em seguida retirou-se 500 µL do sobrenadante, ao qual se adicionou 100 µL de água ultrapura e 300 µL de TCA. Essa nova solução foi centrifugada por 20 minutos e o sobrenadante foi coletado para em seguida ser filtrado em filtro de 0,22 µm. Após esse preparo, a amostra foi injetada no HPLC (Pinto et al., 2024). Esse preparo foi feito em duplicata para cada amostra.

4.6 COLORIMETRIA

Para a análise de cor dos produtos foi utilizada a escala CIELab (Commission International de l'Eclairage), a qual consiste em quatro parâmetros, L, a*, b* e C*. O parâmetro L é referente a luminosidade do produto, a escala varia de 0 (preto) a 100 (branco). A escala a* varia de valores negativos (verde) até valores positivos (vermelho). A escala b* varia de valores negativos (azul) até valores positivos (amarelo). O parâmetro C* é referente a quantidade de saturação de uma determinada cor, sendo obtido a partir dos parâmetros a* e b* utilizando a Equação 6. Todos esses parâmetros foram determinados em um medidor colorimétrico

modelo CR-400 (Konica Minolta), localizado no Departamento de Ciências Farmacêuticas, na Universidade Federal de Juiz de Fora (De Paula et al., 2021b). A análise foi realizada em duplicata.

Equação 6:
$$C^* = \sqrt{(a^{*2} + b^{*2})}$$

4.7 ÍNDICE DE ESCURECIMENTO

O índice de escurecimento (BI – do inglês *browning index*) foi determinado utilizando os parâmetros L, a* e b* da análise de colorimetria pelas equações 7 e 8 (Queiroz et al., 2021). A análise foi realizada em duplicata.

Equação 7:
$$BI = 100 \times \frac{(x-0,31)}{0,17}$$

Onde,

Equação 8:
$$x = \frac{(a^*+1,75 \times L)}{(5,645 \times L + a^*-3,012 \times b^*)}$$

4.8 TEXTURA

Um equipamento de análise de textura (Brookfield, modelo CT3 Texture Analyzer) foi usado para medir os parâmetros de dureza e gomosidade. O método de medição TPA (do inglês, *Texture Profile Analysis*) foi empregado, com uma profundidade de amostra de 6,0 mm, força de disparo de 6,8 g, velocidade de análise de 0,50 mm/s, e a sonda TA11/1000 foi usada para as análises. A análise foi realizada em duplicata.

4.9 REOLOGIA

As determinações reológicas foram realizadas com um reômetro (Thermo Scientific, modelo Haake Viscotester iQ). Utilizou-se a geometria de placas paralelas com uma dimensão de 35 mm e uma temperatura de análise de 22 °C. A aquisição de dados foi realizada com uma subida de 0,1s⁻¹ a 100,0 s⁻¹ em um período de 200 s e uma descida de 100,0 s⁻¹ a 0,1 s⁻¹ em um período de 200 s. A análise foi realizada em duplicata.

4.10 ANÁLISE ESTATÍSTICA

As análises estatísticas foram realizadas em um nível de significância de 0,05 através do teste Tukey aplicado no Software R versão 4.1.2 (The R® Foudation for Statistical Computing). Os parâmetros avaliados nos ensaios de validação obtidos pelo software Waters Empower™ foram tratados estatisticamente pelo Software Microsoft Excel®.

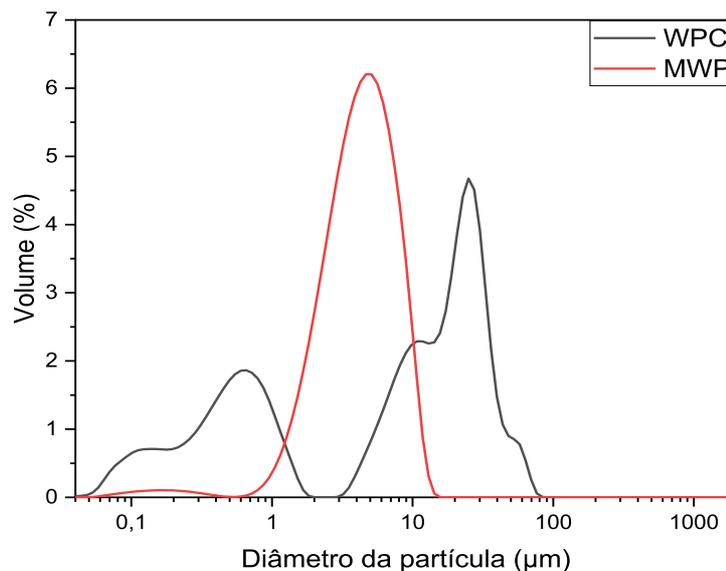
5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Nesta seção serão abordados os resultados e discussões com base nas análises propostas.

5.1 MICROPARTICULAÇÃO DAS PROTEÍNAS DO SORO DO LEITE

Foram realizadas análises para a caracterização das proteínas do soro do leite antes e após o processo de microparticulação, sendo essas análises de tamanho de partícula e de taxa de desnaturação adicional gerada pelo processo de microparticulação a partir da determinação do conteúdo de α -lac e β -lg.

Figura 3 – Distribuição do tamanho de partícula antes e após o processo de microparticulação.



Fonte: Elaborado pela autora (2025).

Legenda: WPC - proteína concentrada do soro de leite; MWP - proteína microparticulada do soro de leite.

Como resultados, a solução de proteína antes da microparticulação (WPC) apresentou um tamanho médio de partícula de $10,62 \pm 3,76 \mu\text{m}$ e a solução de proteína microparticulada (MWP) um tamanho médio de partícula de $4,88 \pm 0,38 \mu\text{m}$ (Figura 3). Além disso, avaliando as curvas obtidas na análise de tamanho de partícula, é possível notar que para o WPC as partículas apresentavam tamanhos

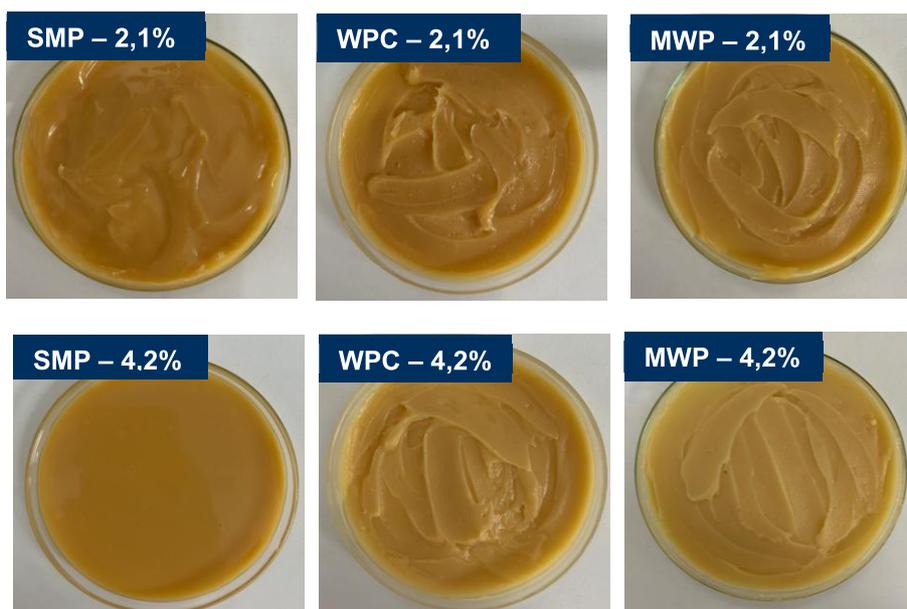
maiores e uma distribuição mais heterogênea, enquanto que para o MWP é possível observar partículas menores com uma distribuição mais uniforme.

Em relação à concentração das frações proteicas, a α -lac e a β -lg apresentaram uma concentração inicial de $0,63 \pm 0,03 \text{ g.100g}^{-1}$ e $2,68 \pm 0,22 \text{ g.100g}^{-1}$, respectivamente, e uma concentração final de $0,23 \pm 0,02 \text{ g.100g}^{-1}$ e $0,10 \pm 0,02 \text{ g.100g}^{-1}$, respectivamente, resultando em uma desnaturação adicional gerada pela microparticulação de aproximadamente 63,5% para a α -lac e 96,3% para a β -lg. Essa maior desnaturação adicional da β -lg frente a α -lac está relacionada a sua menor estabilidade associada.

5.2 FABRICAÇÃO DOS DOCES DE LEITE

Foram realizadas as produções dos seis tratamentos dos doces de leite ($n=3$) (Figura 4), utilizando leite em pó desnatado reconstituído (SMP), proteína antes da microparticulação (WPC) e proteína microparticulada (MWP), como descrito na metodologia. A seguir serão discutidos os resultados de análises físico-químicas e de composição centesimais, composição mineral das cinzas, quantificação dos indicadores da reação de Maillard, colorimetria, índice de escurecimento, textura e reologia dos doces.

Figura 4 - Doces de leite produzidos com substituição parcial do leite.



Fonte: Elaborado pela autora (2025).

Legenda: SMP - leite em pó desnatado; WPC - proteína concentrada do soro de leite; MWP - proteína microparticulada do soro de leite.

5.3 ANÁLISES FÍSICO-QUÍMICAS E DE COMPOSIÇÃO CENTESIMAL

O Ministério da Agricultura e Pecuária (MAPA), a partir de um regulamento técnico de identidade e qualidade do doce de leite, descreve parâmetros físico-químicos para este produto, sendo estes demonstrados na Tabela 5. Após a fabricação foram feitas as análises descritas Tabela 6. Assim, observa-se que todos os doces de leite produzidos estavam com a umidade dentro do valor permitido pela legislação vigente. Analisando o teor de proteína, o mesmo também se enquadra para o estabelecido pelo regulamento técnico, além do teor de cinzas. Por fim, para o teor de gordura apenas os tratamentos 2,1%SMP e 4,2%SMP estão dentro do limite, sendo estes os produtos controle, sem a adição de proteína do soro antes e após o processo de microparticulação (Brasil, 1997).

Tabela 5 - Parâmetros físico-químicos para o doce de leite de acordo com a legislação.

Parâmetro	Valor (g.100g ⁻¹)
Umidade	Máximo de 30,0
Proteína	Mínimo de 5,0
Cinzas	Máximo de 2,0
Gordura	De 6,0 a 9,0

Fonte: Adaptado de Brasil, 1997.

Comparando agora os produtos entre si, não foi possível observar diferenças estatísticas nos atributos de sólidos totais, umidade, °Brix, gordura e acidez ($p > 0,05$), o que mostra que a substituição de parte do leite pela proteína do soro microparticulada não alterou significativamente esses atributos. Para a proteína é possível perceber diferenças estatísticas entre os três tratamentos com 4,2% de substituinte ($p < 0,05$), porém os tratamentos com substituição de 2,1% foram iguais entre si ($p > 0,05$). Essa diferença pode ser atribuída ao leite utilizado na fabricação, uma vez que os substituintes foram padronizados para uma solução contendo 10% ($m \cdot m^{-1}$) de proteína.

Tabela 6 - Análises composicionais dos doces de leite produzidos.

Parâmetros	Formulação 2,1%			Formulação 4,2%		
	SMP	WPC	MWP	SMP	WPC	MWP
Sólidos totais	72,04 ± 1,14 ^a	72,70 ± 1,06 ^a	71,92 ± 0,78 ^a	70,75 ± 0,83 ^a	71,89 ± 1,14 ^a	71,74 ± 1,14 ^a
Umidade	27,96 ± 1,14 ^a	27,30 ± 1,06 ^a	28,08 ± 0,78 ^a	29,25 ± 0,83 ^a	28,11 ± 1,41 ^a	28,26 ± 1,14 ^a
°Brix	69,31 ± 0,65 ^a	68,83 ± 1,02 ^a	68,03 ± 1,79 ^a	69,14 ± 0,77 ^a	67,43 ± 0,58 ^a	67,60 ± 2,13 ^a
Proteína	7,18 ± 0,02 ^d	7,22 ± 0,02 ^{cd}	7,18 ± 0,01 ^d	7,31 ± 0,01 ^c	7,61 ± 0,02 ^b	7,74 ± 0,02 ^a
Carboidrato	56,96 ± 1,15 ^{ab}	57,83 ± 1,03 ^a	57,17 ± 1,27 ^{ab}	55,41 ± 0,89 ^b	56,68 ± 1,56 ^{ab}	56,24 ± 0,92 ^{ab}
Gordura	6,13 ± 0,41 ^a	5,81 ± 0,35 ^a	5,69 ± 0,56 ^a	6,19 ± 0,35 ^a	5,69 ± 0,43 ^a	5,81 ± 0,61 ^a
Cinzas	1,79 ± 0,05 ^c	1,85 ± 0,03 ^{bc}	1,87 ± 0,06 ^b	1,85 ± 0,02 ^b	1,91 ± 0,02 ^{ab}	1,96 ± 0,08 ^a
pH	6,58 ± 0,05 ^{ab}	6,58 ± 0,08 ^{ab}	6,61 ± 0,05 ^a	6,57 ± 0,01 ^{ab}	6,51 ± 0,08 ^b	6,51 ± 0,05 ^b
Acidez	0,181 ± 0,016 ^a	0,187 ± 0,016 ^a	0,184 ± 0,025 ^a	0,198 ± 0,004 ^a	0,188 ± 0,006 ^a	0,195 ± 0,012 ^a

Fonte: Elaborado pela autora (2025).

Legenda: as análises de sólidos totais, umidade, proteína, gordura, cinzas, carboidratos, estão expressas em % (m.m^{-1}) e a análise de acidez está expressa em g de ácido láctico por 100 g de produto.

Médias seguidas pela mesma letra na linha não diferem estatisticamente entre si ($p > 0,05$).

SMP - leite em pó desnatado; WPC - concentrado proteico de soro de leite; MWP - proteína de soro de leite microparticulada.

Outro atributo que apresentou diferença estatística foram as cinzas. Os produtos SMP e MWP, na mesma concentração de substituinte, apresentaram diferença estatística significativa ($p < 0,05$), provavelmente devido ao conteúdo mineral das matérias-primas (por exemplo, permeado de soro de leite). Nenhuma diferença estatística foi observada entre os produtos WPC e MWP ($p > 0,05$).

Com relação ao conteúdo de carboidratos dos doces de leite, foram observadas diferenças estatísticas ($p < 0,05$) em ambos os níveis de suplementação (2,1 e 4,2% (m.m^{-1}), mas não dentro de um mesmo nível. Os valores de pH entre os três substituintes não foram estatisticamente diferentes ($p > 0,05$) dentro de cada nível de suplementação, mas houve pequenas diferenças de pH para eles entre os níveis.

5.4 COMPOSIÇÃO MINERAL DAS CINZAS POR ESPECTROSCOPIA DE ENERGIA DISPERSIVA DE RAIOS-X (EDS)

A quantificação dos minerais presentes nas cinzas foi realizada a partir dos dados de resíduo mineral fixo obtidos durante as análises de composição (Tabela 7).

Utilizou-se um microscópio eletrônico de varredura acoplado com um sistema de energia dispersiva para a realização da análise nas pastilhas preparadas para cada doce de leite. Cada amostra foi analisada em 5 campos distintos. Foram encontrados os elementos cálcio, cloro, fósforo, magnésio, potássio e sódio. Todos os resultados foram expressos em $\text{g} \cdot 100\text{g}^{-1}$.

De todos os elementos encontrados nas análises apenas cloro e magnésio não apresentaram diferenças estatísticas entre todos os seis tratamentos ($p > 0,05$). Isso pode estar relacionado ao fato de o cloro ser um composto volátil, e pela utilização de altas temperaturas para a queima da matéria orgânica durante a análise das cinzas ele ficou com uma concentração aproximada em todas as formulações. Além disso, em relação ao magnésio, o mesmo é o elemento com menor concentração, o que pode ter levado a essa similaridade dos valores encontrados, não gerando diferença estatística entre os produtos.

Tabela 7 - Composição mineral ($\text{g} \cdot 100\text{g}^{-1}$) das cinzas dos doces de leite.

Elementos	Formulação 2,1%			Formulação 4,2%		
	SMP	WPC	MWP	SMP	WPC	MWP
Cálcio	$0,26 \pm 0,05^b$	$0,26 \pm 0,05^b$	$0,30 \pm 0,06^b$	$0,25 \pm 0,05^b$	$0,39 \pm 0,15^a$	$0,32 \pm 0,05^{ab}$
Cloro	$0,12 \pm 0,07^a$	$0,16 \pm 0,09^a$	$0,12 \pm 0,08^a$	$0,15 \pm 0,07^a$	$0,12 \pm 0,09^a$	$0,13 \pm 0,06^a$
Fósforo	$0,22 \pm 0,04^{ab}$	$0,20 \pm 0,04^b$	$0,23 \pm 0,04^{ab}$	$0,22 \pm 0,04^{ab}$	$0,25 \pm 0,06^a$	$0,23 \pm 0,04^{ab}$
Magnésio	$0,03 \pm 0,01^a$	$0,02 \pm 0,01^a$	$0,02 \pm 0,01^a$	$0,03 \pm 0,01^a$	$0,02 \pm 0,01^a$	$0,03 \pm 0,01^a$
Potássio	$0,20 \pm 0,06^{ab}$	$0,22 \pm 0,09^a$	$0,16 \pm 0,07^{ab}$	$0,21 \pm 0,05^a$	$0,14 \pm 0,07^b$	$0,14 \pm 0,05^b$
Sódio	$0,16 \pm 0,02^{ab}$	$0,15 \pm 0,03^b$	$0,17 \pm 0,03^{ab}$	$0,17 \pm 0,03^{ab}$	$0,15 \pm 0,04^b$	$0,18 \pm 0,04^a$

Fonte: Elaborado pela autora (2025).

Médias seguidas pela mesma letra na linha não diferem estatisticamente entre si ($p > 0,05$).

SMP - leite em pó desnatado; WPC - concentrado proteico de soro de leite; MWP - proteína de soro de leite microparticulada.

Para os outros elementos, primeiramente em relação ao cálcio, foi observado um valor mínimo de $0,25 \text{ g} \cdot 100\text{g}^{-1}$ para o tratamento 4,2%SMP, e valor máximo de $0,39 \text{ g} \cdot 100\text{g}^{-1}$ para o tratamento 4,2%WPC. Este último não apresentou diferença estatística em relação ao tratamento 4,2%MWP, o que é justificado pelo fato de

ambas as formulações possuírem a mesma composição, sendo a única diferença entre elas o processo de microparticulação.

Já para o fósforo, os valores variaram entre $0,20 \text{ g}\cdot 100\text{g}^{-1}$ para o 2,1%WPC até $0,25 \text{ g}\cdot 100\text{g}^{-1}$ para o 4,2%WPC. As diferenças estatísticas só foram encontradas para esses dois tratamentos, os outros quatro produtos não apresentaram diferença. No caso do potássio, as concentrações variaram de $0,14 \text{ g}\cdot 100 \text{ g}^{-1}$ nos tratamentos 4,2%WPC e 4,2%MWP até $0,22 \text{ g}\cdot 100 \text{ g}^{-1}$ no tratamento 2,1%WPC. Os produtos 4,2%SMP e 2,1%WPC apresentaram diferenças estatísticas significativas em relação aos tratamentos 4,2%WPC e 4,2%MWP. A ausência de diferença entre 4,2%WPC e 4,2%MWP pode ser atribuída à similaridade na composição entre essas formulações, divergindo apenas pela aplicação do processo de microparticulação. Por fim, o sódio teve o mínimo de $0,15 \text{ g}\cdot 100\text{g}^{-1}$ para os tratamentos 2,1%WPC e 4,2%WPC até $0,18 \text{ g}\cdot 100\text{g}^{-1}$ para o 4,2%MWP, sendo que o produto 4,2%MWP apresentou diferença significativa em relação ao 2,1%WPC e 4,2%WPC.

De maneira geral, em relação à concentração obtida para a maioria dos elementos, os doces adicionados das soluções WPC e MWP apresentaram certa similaridade estatística entre si ($p>0,05$), o que já era de se esperar, visto que essas possuem a mesma composição, se diferenciando apenas no processo de microparticulação aplicado na solução MWP. Porém, também existiram algumas produções em que os doces substituídos de WPC e MWP apresentaram certa diferença estatística entre eles ($p<0,05$), isso pode estar associado a uma das limitações da técnica de EDS, por esta ser considerada uma análise semiquantitativa.

Dentre os elementos, o magnésio foi o que teve menor concentração dentre os encontrados, seguido de cloro, sódio, potássio, fósforo e cálcio. Esses resultados estão de acordo com um estudo realizado onde a autora variou a concentração de sacarose na produção dos doces de leite (Celestino et al., 2024).

5.5 QUANTIFICAÇÃO DOS INDICADORES DA REAÇÃO DE MAILLARD

Foram avaliados ao todo quatro indicadores da reação de Maillard, HMF, F, MF e FMC. Esses marcadores são produtos intermediários da reação, sendo o HMF o que vem sendo estudado há mais tempo (Lund; Ray, 2017). Dos quatro indicadores, o único encontrado nos doces analisados em cada um dos quatro

tempos das análises realizadas durante o *shelf life* (d0, d7, d15 e d30) foi o HMF (5-hidroximetilfurfural). A Tabela 8 representa o teor de HMF expressos em $\mu\text{mol.kg}^{-1}$ durante toda a estocagem do produto.

Analisando inicialmente entre os produtos, nos dias 0, 7 e 30 de *shelf life* após a produção, os tratamentos não apresentaram diferença estatística entre si ($p>0,05$), porém no dia 15 o tratamento 2,1%WPC apresentou diferença dos outros produtos ($p<0,05$). Assim, mesmo que existem diferenças entre as concentrações de HMF obtidas nas amostras, quando comparadas em um mesmo dia, a estatística aplicada não demonstra isso em d0, d7 e d30, devido aos grandes desvios obtidos durante a análise. Esses desvios estão provavelmente associados à complexidade da matriz de estudo (Pinto et al., 2024).

Comparando entre os tempos, os tratamentos 2,1%SMP, 4,2%WPC, 2,1%MWP e 4,2%MWP não apresentaram diferença estatística durante o tempo de análise ($p>0,05$), entretanto o produto 4,2%SMP apresentou diferença estatística entre d0 e d15. Outro produto que apresentou diferença estatística para os outros dias de análise foi o 2,1%WPC.

Tabela 8 - Concentração de HMF ($\mu\text{mol.kg}^{-1}$) nos doces de leite ao longo do *shelf life*.

Dias de <i>shelf life</i>	Formulação 2,1%			Formulação 4,2%		
	SMP	WPC	MWP	SMP	WPC	MWP
d0	38,85 ± 18,88 ^{Aa}	42,28 ± 2,85 ^{Aa}	41,27 ± 10,73 ^{Aa}	37,63 ± 9,44 ^{Ab}	54,63 ± 10,78 ^{Aa}	40,92 ± 13,77 ^{Aa}
d7	57,03 ± 11,30 ^{Aa}	59,80 ± 7,20 ^{Aa}	54,72 ± 17,85 ^{Aa}	57,77 ± 14,28 ^{Aab}	51,23 ± 7,31 ^{Aa}	52,55 ± 14,88 ^{Aa}
d15	59,38 ± 7,91 ^{Ba}	87,57 ± 22,30 ^{Aa}	66,75 ± 8,16 ^{ABa}	61,33 ± 10,17 ^{Ba}	64,93 ± 10,30 ^{ABa}	61,25 ± 7,56 ^{Ba}
d30	48,53 ± 21,01 ^{Aa}	53,98 ± 4,73 ^{Ab}	52,88 ± 15,99 ^{Aa}	43,83 ± 12,43 ^{Aab}	48,08 ± 13,30 ^{Aa}	58,50 ± 12,02 ^{Aa}

Fonte: Elaborado pela autora (2025).

Médias seguidas do mesmo índice em maiúsculo na mesma linha não diferem estatisticamente entre si ($p>0,05$); médias seguidas do mesmo índice em minúsculo na mesma coluna não diferem estatisticamente entre si ($p>0,05$).

SMP - leite em pó desnatado; WPC - concentrado proteico de soro de leite; MWP - proteína de soro de leite microparticulada.

Embora não tenha sido observado uma diferença estatística, foi possível observar um padrão durante o armazenamento. Durante os três primeiros tempos de análise (d0, d7 e d15) ocorreu um aumento dos valores de HMF. Entretanto, em d30, ocorreu uma diminuição do valor médio, indicando que o HMF pode estar sendo consumido para continuação das próximas etapas da reação de Maillard, visto que este é um produto intermediário.

De maneira geral, mesmo que os produtos não tenham apresentado diferença no mesmo dia de análise em d0, d7 e d30, em d15, quando a concentração máxima de HMF foi observada, avaliando a formulação com 2,1% de substituição, o produto SMP apresentou uma menor concentração de HMF quando comparado ao produto WPC, o qual apresentou a maior concentração entre os substituintes. Isso pode estar relacionado à concentração de carboidratos e proteínas encontrados nas formulações (Tabela 6), onde o produto SMP apresentou uma menor concentração de ambos e o produto WPC a maior. Por esse motivo, como a reação de Maillard ocorre entre um carboidrato redutor e um grupo amino proveniente de um aminoácido, peptídeo ou proteína, uma maior concentração de carboidrato e proteína, fornece uma maior concentração de HMF no meio.

Os outros três indicadores não foram detectados, uma vez que suas concentrações podem estar inferiores ao limite de detecção (LD) da técnica. Isso pode ser justificado pelo fato deles serem produtos dos estados mais avançados da reação de Maillard, enquanto o HMF é um produto formado durante o início da reação. Um estudo recente mostrou que para doces de leite produzidos com diferentes teores de sacarose, o único marcador encontrado foi o HMF durante 30 dias de armazenamento, assim como o observado no presente trabalho (Celestino et al., 2024).

5.6 COLORIMETRIA

A partir da análise de colorimetria foram gerados dois parâmetros, sendo estes discutidos abaixo. A luminosidade está relacionada com o produto ser mais próximo do branco ou do preto e a cromaticidade (croma) está relacionado com a saturação de uma determinada cor (Pinto et al., 2021). Para o doce de leite, se um produto possui um alto valor de luminosidade indica um produto mais claro, ou seja, com menos escurecimento, e um valor baixo indica um produto mais escuro, com

possível escurecimento induzido pela reação de escurecimento não enzimático (reação de Maillard).

A análise de luminosidade (Tabela 9) foi realizada durante o *shelf life* (d0, d7, d15 e d30). Analisando os tratamentos por dia, apenas os produtos em d30 apresentaram alguma diferença estatística entre si ($p < 0,05$). Em d30, o produto 4,2%MWP apresentou valor mais próximo do branco, seguido dos produtos 2,1%MWP e 4,2%WPC, e os menores valores foram relatados para os tratamentos 2,1%SMP, 4,2%SMP e 2,1%WPC. Além disso, ao longo do *shelf life* foi possível perceber que apenas o produto 2,1%WPC apresentou uma diferença estatística entre as análises ($p < 0,05$).

Em geral, o produto d0 foi mais claro que o produto no d30. Fazendo uma comparação direta com a concentração de HMF, os produtos apresentaram uma menor concentração desse intermediário e uma maior luminosidade em d0, além de apresentarem um aumento da concentração de HMF durante os 15 dias iniciais de análise e uma diminuição da luminosidade. Isso pode estar relacionado ao avanço da reação de Maillard, a qual possui como produtos finais da reação as melanoidinas, que são compostos responsáveis pelo escurecimento desse tipo de produto, ou seja, pela diminuição da luminosidade.

Tabela 9 - Luminosidade para os produtos ao longo do *shelf life*.

Dias de <i>shelf life</i>	Formulação 2,1%			Formulação 4,2%		
	SMP	WPC	MWP	SMP	WPC	MWP
d0	59,12 ± 0,51 ^{Aa}	60,24 ± 1,10 ^{Aa}	61,52 ± 2,38 ^{Aa}	59,36 ± 1,44 ^{Aa}	60,64 ± 2,12 ^{Aa}	61,74 ± 1,24 ^{Aa}
d7	58,35 ± 0,31 ^{Aa}	58,98 ± 1,10 ^{Aab}	59,46 ± 1,49 ^{Aa}	58,73 ± 1,52 ^{Aa}	57,68 ± 3,19 ^{Aa}	61,15 ± 1,49 ^{Aa}
d15	58,94 ± 1,36 ^{Aa}	59,11 ± 1,95 ^{Aab}	60,23 ± 2,06 ^{Aa}	59,54 ± 1,83 ^{Aa}	59,16 ± 1,23 ^{Aa}	61,69 ± 1,08 ^{Aa}
d30	57,69 ± 0,65 ^{Ca}	58,78 ± 0,36 ^{Cb}	59,76 ± 0,66 ^{ABa}	58,44 ± 1,72 ^{BCa}	59,66 ± 1,01 ^{ABa}	61,31 ± 0,27 ^{Aa}

Fonte: Elaborado pela autora (2025).

Médias seguidas do mesmo índice em maiúsculo na mesma linha não diferem estatisticamente entre si ($p > 0,05$); médias seguidas do mesmo índice em minúsculo na mesma coluna não diferem estatisticamente entre si ($p > 0,05$).

SMP - leite em pó desnatado; WPC - concentrado proteico de soro de leite; MWP - proteína de soro de leite microparticulada.

A análise do croma também foi realizada durante o *shelf life* (Tabela 10). Foram perceptíveis diferenças estatísticas em todos os dias de análises ($p < 0,05$). Para d0, d7 e d30, os produtos SMP apresentam uma maior saturação da cor se comparado aos tratamentos WPC e MWP, contudo, em d15 os tratamentos 2,1%SMP e 2,1%WPC apresentavam certa similaridade, enquanto o 4,2%SMP foi diferente dos doces com substituição de WPC e MWP. Considerando os produtos ao longo dos dias, apenas o 2,1%SMP modificou a saturação da sua cor ao longo do tempo.

Tabela 10 - Cromaticidade dos doces de leite ao longo do *shelf life*.

Dias de <i>shelf life</i>	Formulação 2,1%			Formulação 4,2%		
	SMP	WPC	MWP	SMP	WPC	MWP
d0	23,30 ± 0,93 ^{Aa}	19,53 ± 1,80 ^{Ba}	20,41 ± 1,44 ^{Ba}	23,28 ± 1,51 ^{Aa}	19,99 ± 0,65 ^{Ba}	19,00 ± 0,30 ^{Ba}
d7	22,67 ± 0,75 ^{Aab}	18,97 ± 1,31 ^{Ba}	19,71 ± 0,63 ^{Ba}	22,51 ± 1,44 ^{Aa}	19,36 ± 0,37 ^{Ba}	18,54 ± 1,14 ^{Ba}
d15	21,66 ± 1,02 ^{ABb}	19,78 ± 0,86 ^{BCa}	19,46 ± 1,27 ^{Ca}	22,25 ± 0,98 ^{Aa}	19,25 ± 0,86 ^{Ca}	18,41 ± 1,32 ^{Ca}
d30	23,00 ± 0,60 ^{Aab}	20,31 ± 0,17 ^{Ba}	20,32 ± 0,24 ^{Ba}	23,10 ± 1,48 ^{Aa}	20,25 ± 0,68 ^{Ba}	18,78 ± 0,79 ^{Ba}

Fonte: Elaborado pela autora (2025).

Médias seguidas do mesmo índice em maiúsculo na mesma linha não diferem estatisticamente entre si ($p > 0,05$); médias seguidas do mesmo índice em minúsculo na mesma coluna não diferem estatisticamente entre si ($p > 0,05$).

SMP - leite em pó desnatado; WPC - concentrado proteico de soro de leite; MWP - proteína de soro de leite microparticulada.

5.7 ÍNDICE DE ESCURECIMENTO

A partir dos dados obtidos na análise colorimetria foi possível calcular o índice de escurecimento (Tabela 11), conforme equações 7 e 8, dos doces de leite ao longo do tempo. Esse parâmetro é avaliado principalmente quando o intuito é analisar a alteração da cor de produtos que passam por reações de escurecimento não enzimático, como é o caso da reação de Maillard, visto que ao longo do tempo matrizes como o doce de leite tem um índice de escurecimento associado a eles.

Foi observado que nos dias d0, d7 e d15 após a produção os tratamentos controle (SMP) eram mais escuros que os demais, sendo um resultado similar ao

observado para o parâmetro C* na colorimetria. Entretanto, no dia d30, os produtos 2,1%SMP, 2,1%WPC e 4,2%MWP foram diferentes estatisticamente entre si ($p < 0,05$). Comparando os produtos ao longo do tempo, não houve alteração significativa nos valores de BI nos 30 dias de análises.

Tabela 11 - Índice de escurecimento para os doces ao longo do *shelf life*.

Dias de <i>shelf life</i>	Formulação 2,1%			Formulação 4,2%		
	SMP	WPC	MWP	SMP	WPC	MWP
d0	52,14 ± 2,36 ^{Aa}	39,74 ± 5,23 ^{Ba}	39,55 ± 2,92 ^{Ba}	51,87 ± 5,01 ^{Aa}	39,71 ± 0,89 ^{Ba}	35,56 ± 1,11 ^{Ba}
d7	51,03 ± 2,13 ^{Aa}	38,76 ± 3,73 ^{Ba}	39,46 ± 3,86 ^{Ba}	50,48 ± 5,32 ^{Aa}	40,42 ± 2,82 ^{Ba}	34,50 ± 2,43 ^{Ba}
d15	48,23 ± 3,72 ^{Aa}	40,64 ± 3,06 ^{Ba}	38,61 ± 5,61 ^{Ba}	49,36 ± 4,45 ^{Aa}	38,79 ± 2,21 ^{Ba}	33,91 ± 3,45 ^{Ba}
d30	52,68 ± 1,92 ^{Aa}	43,13 ± 1,24 ^{Ba}	40,72 ± 1,79 ^{BCa}	52,75 ± 4,00 ^{Aa}	40,79 ± 2,64 ^{BCa}	37,43 ± 2,33 ^{Ca}

Fonte: Elaborado pela autora (2025).

Médias seguidas do mesmo índice em maiúsculo na mesma linha não diferem estatisticamente entre si ($p > 0,05$); médias seguidas do mesmo índice em minúsculo na mesma coluna não diferem estatisticamente entre si ($p > 0,05$).

SMP - leite em pó desnatado; WPC - concentrado proteico de soro de leite; MWP - proteína de soro de leite microparticulada.

5.8 TEXTURA

Os parâmetros de dureza e gomosidade foram medidos para a análise de textura (Tabela 12). A dureza refere-se à resistência do material a sofrer deformação plástica. Já a gomosidade é a energia necessária para desintegrar ou mastigar um alimento. Para obter estes parâmetros foi utilizado o método de medição TPA (do inglês, *Texture Profile Analysis*), com o intuito de simular a mastigação de alimentos a partir da aplicação de dois ciclos de compressão e descompressão nas amostras, para observar o comportamento dos produtos frente a percepção sensorial dos consumidores.

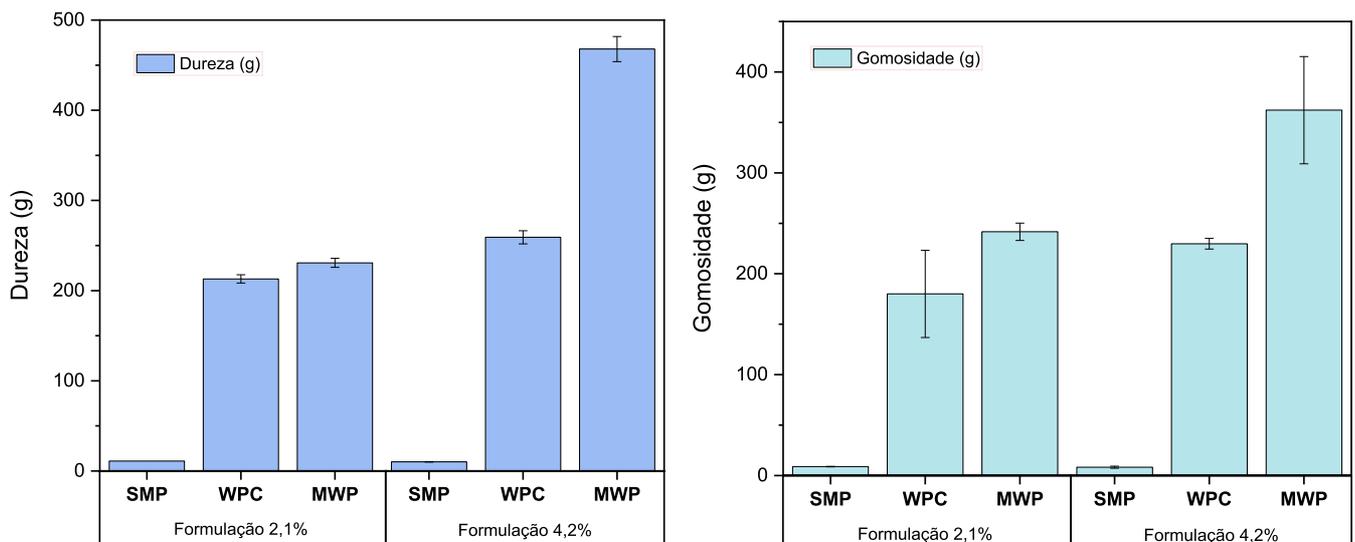
Analisando a Figura 5, em relação à dureza, foi possível observar que o produto 4,2%MWP apresentou o maior valor em comparação a todos os outros produtos. Além disso, os dois produtos adicionados de SMP apresentaram os menores valores de dureza. Por fim, as durezas dos produtos com 2,1%WPC,

4,2%WPC e 2,1%MWP foram intermediárias, sendo os produtos 2,1%WPC e 2,1%MWP semelhantes estatisticamente entre si ($p>0,05$).

Na análise de gomosidade, foi possível observar um comportamento similar à dureza, onde o produto 4,2%MWP apresentou o maior valor, enquanto os produtos adicionados de SMP novamente apresentaram resultados inferiores. Os três tratamentos 2,1%WPC, 4,2%WPC e 2,1%MWP foram semelhantes estatisticamente entre si ($p>0,05$).

Estudos na literatura mostram que o uso de MWP na produção de queijo *petit-suisse* não gerou diferenças estatísticas nos parâmetros de gomosidade e dureza em três concentrações diferentes de substituição de gordura por proteína (Sánchez-Obando et al., 2020). Outro estudo mostrou que o uso de MWP em diferentes concentrações na produção de pães aumenta a dureza do produto formulado, resultado semelhante ao encontrado neste estudo (Kim et al., 2013). Essa diferença na dureza pode indicar que a intensidade do tratamento térmico influencia os produtos formulados com MWP, pois o *petit-suisse* produzido no estudo de Sánchez-Obando et al., 2020 passou por um tratamento térmico baixo, mas o pão estudado por Kim et al., 2013 e o doce de leite produzido neste estudo foram submetidos a um tratamento térmico mais intenso.

Figura 5 - Parâmetros de textura (dureza e gomosidade) das amostras de doce de leite.



Fonte: Elaborado pela autora (2025).

Legenda: SMP - leite em pó desnatado; WPC - proteína concentrada do soro de leite; MWP - proteína microparticulada do soro de leite.

Tabela 12 - Parâmetros dureza e gomosidade das amostras de doce de leite obtidos durante a análise de textura.

Parâmetros	Formulação 2,1%			Formulação 4,2%		
	SMP	WPC	MWP	SMP	WPC	MWP
Dureza (g)	11,0 ± 0,1 ^a	213,0 ± 4,6 ^b	230,8 ± 5,0 ^b	10,2 ± 0,3 ^a	259,2 ± 7,3 ^c	467,8 ± 13,9 ^d
Gomosidade (g)	8,9 ± 0,2 ^a	180,0 ± 43,2 ^b	241,6 ± 8,6 ^b	8,2 ± 1,0 ^a	229,8 ± 5,3 ^b	362,1 ± 53,2 ^c

Fonte: Elaborado pela autora (2025).

Médias seguidas pela mesma letra na linha não diferem estatisticamente entre si ($p > 0,05$).

SMP - leite em pó desnatado; WPC - concentrado proteico de soro de leite; MWP - proteína de soro de leite microparticulada.

Os resultados obtidos para os parâmetros de dureza e gomosidade indicam que a proteína microparticulada pode ser uma alternativa para as indústrias de alimentos com o objetivo de modular as características organolépticas do produto, visto que com a substituição parcial do leite por proteína do soro do leite microparticulada (MWP) durante o processo de fabricação do doce de leite, o produto passa a ter maiores valores referentes aos parâmetros de dureza e gomosidade na análise de textura.

5.9 REOLOGIA

A reologia é utilizada para estudar o comportamento dos materiais quando submetidos a forças externas, analisando como os produtos fluem ou se deformam. Neste estudo, a viscosidade aparente (Figura 6A) e a tensão de cisalhamento pela taxa de cisalhamento aplicada aos produtos (Figura 6B) foram determinadas. Os produtos com adição de MWP e WPC apresentaram maior viscosidade aparente a 100 s^{-1} em comparação com os produtos adicionados de SMP em ambas as concentrações de substituição (Tabela 13). Isso pode estar associado ao tamanho dos agregados formados durante a microparticulação e fabricação do doce de leite (MWP) e aos agregados de proteínas do soro de leite formados durante a fabricação do doce de leite (WPC). Estudos na literatura são consistentes com os resultados obtidos no presente estudo. Hossain et al., 2020 observaram que na produção de

iogurtes com e sem adição de proteína microparticulada a viscosidade mais alta foi obtida em produtos com MWP.

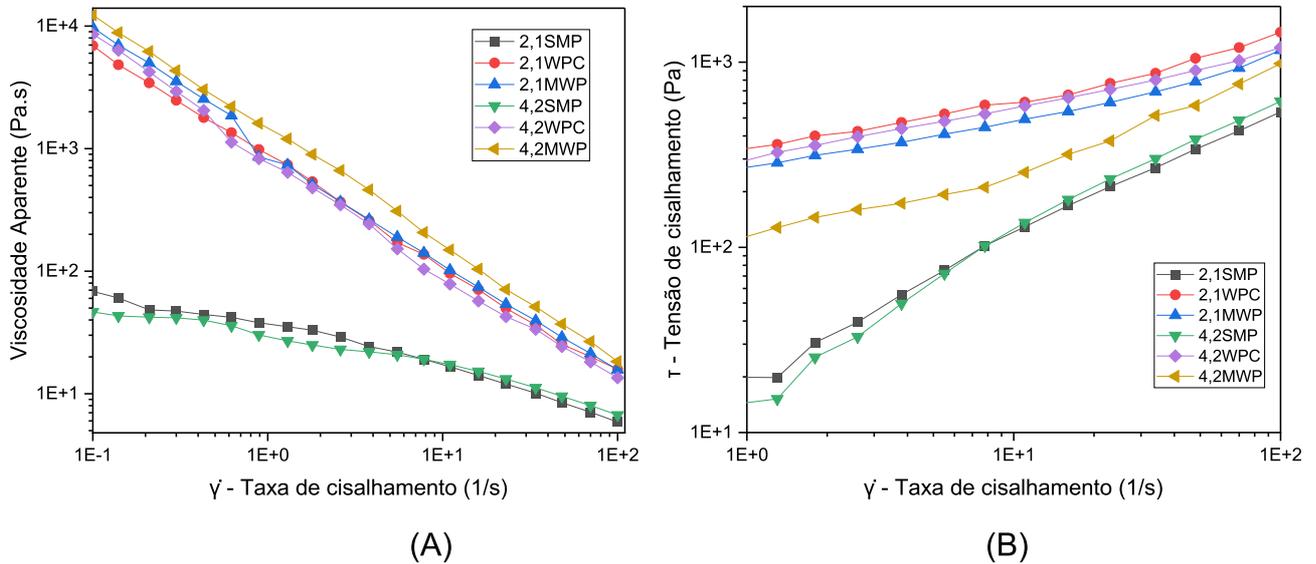
Pode-se observar também na Figura 6 que à medida que a taxa de cisalhamento é aplicada, a viscosidade aparente dos seis produtos diminui, com os produtos de proteína de soro de leite mostrando uma maior variação na viscosidade em comparação com o produto com leite em pó desnatado.

Além disso, a tensão de cisalhamento é maior em produtos com proteínas de soro de leite (WPC e MWP) em comparação com produtos com SMP em ambas as concentrações de substituição. Como observado também no estudo de Hossain et al. (2020), à medida que a tensão mecânica é aplicada, o valor da tensão de cisalhamento aumenta, e os valores finais tendem a convergir para todos os tratamentos.

Na Tabela 13 estão dispostos alguns parâmetros relevantes obtidos a partir da utilização do modelo de Herschel-Bulkley. O valor de K está relacionado à consistência do produto, e a partir deste valor observa-se que o produto 4,2%MWP apresenta o K mais alto, ou seja, possui maior consistência em comparação aos outros. Além disso, o valor de n representa o índice de comportamento de fluxo, indicando o grau de dependência da tensão de cisalhamento em relação à taxa de cisalhamento. Portanto, se $n=1$ define-se o fluido como newtoniano, se $n \neq 1$ refere-se a um fluido não newtoniano, podendo ser pseudoplástico ($n < 1$) ou dilatante ($n > 1$). A partir da Tabela 13, define-se o sistema deste trabalho como não newtoniano com comportamento pseudoplástico, ou seja, a viscosidade diminui com o aumento da taxa de cisalhamento, com o tratamento 4,2%MWP apresentando a característica mais pronunciada.

Além disso, viscosidade aparente (η_{ap100}) indica a resistência do fluxo sob uma taxa de cisalhamento específica, neste caso seria a 100 s^{-1} . Então, avaliando este valor pela Tabela 13, observa-se que o produto 4,2%MWP apresentou o maior valor, indicando que a proteína microparticulada pode ser uma alternativa para as indústrias de alimentos visando modular as características organolépticas do produto.

Figura 6 - (A) Viscosidade aparente (Pa.s) das amostras de doce de leite com base na taxa de cisalhamento ascendente de $0,1 \text{ s}^{-1}$ a 100 s^{-1} , a $22 \text{ }^\circ\text{C}$ e (B) tensão de cisalhamento (Pa) com base na taxa de cisalhamento descendente variando de 100 s^{-1} a $1,0 \text{ s}^{-1}$, a $22 \text{ }^\circ\text{C}$.



Fonte: Elaborado pela autora (2025).

Legenda: SMP - leite em pó desnatado; WPC - proteína concentrada do soro de leite; MWP - proteína microparticulada do soro de leite.

Tabela 13 - Parâmetros do modelo de Herschel-Bulkley (taxa de cisalhamento crescente) e viscosidade aparente a 100 s^{-1} .

Amostras	K – Índice de consistência (Pa.s ⁿ)	n – Índice de comportamento de fluxo	R ² – Adequação do ajuste	η_{ap100} (Pa.s)
2,1%SMP	55,81	0,52	0,99	5,88
2,1%WPC	346,10	0,22	0,95	15,80
2,1%MWP	80,57	0,48	0,97	15,70
4,2%SMP	49,03	0,57	0,99	6,70
4,2%WPC	12,71	0,82	0,85	13,50
4,2%MWP	1459,83	0,06	0,81	18,30

Fonte: Elaborado pelo autor (2025).

Legenda: SMP - leite em pó desnatado; WPC - proteína concentrada do soro de leite; MWP - proteína microparticulada do soro de leite.

6 CONCLUSÃO

Foram produzidos doces de leite com substituição parcial do leite por leite em pó reconstituído (SMP), considerado o produto controle, pela solução de proteína antes da microparticulação (WPC) e pela solução das proteínas microparticuladas (MWP). A composição dos produtos atendeu aos parâmetros estabelecidos pela legislação, com exceção do teor de gordura, que estava abaixo dos níveis permitidos. Esse comportamento de redução da gordura já era esperado, visto que ocorre a substituição parcial do leite integral pasteurizado, por soluções que não contém gordura em sua composição. A coerência dos parâmetros com os estabelecidos pela legislação indica boa padronização durante o processo de fabricação.

Nas análises físico-químicas e de composição centesimal os doces de leite foram iguais estatisticamente para sólidos totais, umidade, sólidos solúveis, gordura e acidez. Os atributos de proteínas, cinzas, carboidrato e pH apresentaram diferenças estatísticas.

Os minerais presentes nas cinzas das amostras foram quantificados através da espectroscopia de energia dispersiva de raios-X, identificando seis elementos, dentre eles cálcio, cloro, fósforo, magnésio, potássio e sódio. Cloro e magnésio não apresentaram diferenças estatísticas entre si, enquanto que os outros quatro elementos apresentaram.

Em relação à quantificação dos indicadores da reação de Maillard, quatro analitos foram estudados, mas apenas o HMF foi encontrado nos doces durante os dias de análises. Entre os produtos não foram encontradas diferenças estatísticas, entretanto, à medida que o *shelf life* do doce foi se estendendo, a concentração do HMF apresentou tendência de aumento, seguido por uma redução na última semana de análise.

O parâmetro de luminosidade dos doces no mesmo dia de análise foi igual para d0, d7 e d15, entretanto em d30 foram observadas diferenças em quase todos os produtos. Durante o *shelf life* apenas o tratamento 2,1%WPC apresentou diferença na cor em 30 dias de análises. Além disso, de forma geral, os produtos em d30 foram mais escuros, ou seja, com menor luminosidade, quando comparado em d0, esses dados estão de acordo com os valores encontrados durante a quantificação dos indicadores da reação de Maillard.

Em relação à saturação (croma) os produtos WPC e MWP apresentaram valores menores que os controles nos mesmos dias de análises. Durante o *shelf life* apenas o 2,1%SMP apresentou uma maior saturação ao longo do tempo, todos os outros tratamentos foram iguais durante os dias analisados.

Com a análise do índice de escurecimento das amostras, foi possível perceber que os produtos controles são mais escuros que os adicionados de WPC e MWP. Durante o tempo de armazenamento não foi observado diferença estatística, porém é possível observar que o produto em d0 possuiu um índice de escurecimento menor quando comparado com o produto em d30. Esse fato está diretamente relacionado aos dados de luminosidade e também em relação ao desenvolvimento da reação de Maillard, a partir dos dados de quantificação do HMF.

Por fim, a adição de WPC e MWP na fabricação do doce de leite resultou um aumento nos parâmetros de dureza, gomosidade e viscosidade em comparação com o doce de leite controle (SMP). Isso pode ser atribuído às ligações que as proteínas do soro formam no meio, dados os agregados formados durante a microparticulação e aquecimento.

Assim, foi possível concluir que a adição de proteína microparticulada no processo de fabricação de doce de leite pode ser uma alternativa para as indústrias visando modular as características organolépticas do produto sem alterar os aspectos composicionais do produto final. Essas proteínas microparticuladas se mostraram um substituto promissor de alguns aditivos, como os espessantes, na fabricação desse tipo de produto.

REFERÊNCIAS

- ANEMA, Skelte G. The whey proteins in milk: Thermal denaturation, physical interactions, and effects on the functional properties of milk. **Milk Proteins**, p. 325-384, 2020.
- BONNAILLIE, Laetitia M.; TOMASULA, Peggy M. Whey Protein Fractionation. *In*: ONWULATA, Charles I.; HUTH, Peter J. (org.). **Whey Processing, Functionality and Health Benefits**. Iowa: Wiley-Blackwell, 2008. p. 15–38.
- BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Laboratório Nacional Agropecuário-LANAGRO/RS. Laboratório de Produtos de Origem Animal. **Determinação do Resíduo Mineral Fixo em Leite e Derivados Lácteos**. RS, 2014.
- BRASIL. Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa nº80, de 13 de agosto de 2020. **Diário Oficial da União**: seção 1, Brasília, DF, v. 157, n. 1, p. 2–5, 2020.
- BRASIL. Ministério da Agricultura Pecuária e Abastecimento. Portaria MAPA nº 354, de 04 de setembro de 1997. Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade de Doce de Leite. **Diário Oficial a União**: Seção 1, Brasília, DF, p. 45, 1997.
- ÇAKIR-FULLER, Esra. Enhanced heat stability of high protein emulsion systems provided by microparticulated whey proteins. **Food Hydrocolloids**, [S. l.], v. 47, p. 41-50, 2015.
- CARNEIRO, L. C. M et al. A química e a tecnologia do doce de leite: uma revisão. **Research, Society and Development**, [S. l.], v. 10, n. 11, p. e155101119408, 2021.
- CELESTINO, J. A. et al. Effect of sucrose content added to milk on the composition, yield, viscosity, color, and Maillard reaction chemical markers of dulce de leche. **European Food Research and Technology**, [S. l.], v. 250, n. 5, p. 1529-1536, 2024.
- CHUNG, C.; DEGNER, B.; MCCLEMENTS, D. J. Development of reduced-calorie foods: Microparticulated whey proteins as fat mimetics in semi-solid food emulsions. **Food Research International**, v. 56, p. 136-145, 2014.
- CONSIDINE, T. et al. Interactions of milk proteins during heat and high hydrostatic pressure treatments—A Review. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**, v. 8, n. 1, p. 1-23, 2007.
- DE PAULA, Igor L. et al. Buffalo powder dairy products with and without lactose hydrolysis: Physical-chemical and technical-functional characterizations. **LWT**, v. 151, p. 112124, 2021.b.

DE PAULA, Igor L. et al. Development and validation of methodology for quantification of whey protein fractions in microparticulate ingredients. **Química Nova**, v. 48, n. 3, p. e-20250038, 2024.

DE PAULA, Igor L. et al. Energy-dispersive spectroscopy for the quantitative determination of the major chemical elements in milk. **Research, Society and Development**, v. 10, n. 10, p. e280101018910, 2021.a.

DEVRIES, Michaela C.; PHILLIPS, Stuart M. Supplemental protein in support of muscle mass and health: advantage whey. **Journal of food science**, v. 80, n. S1, p. A8-A15, 2015.

DISSANAYAKE, Muditha; LIYANAARACHCHI, S.; VASILJEVIC, Todor. Functional properties of whey proteins microparticulated at low pH. **Journal of Dairy Science**, v. 95, n. 4, p. 1667-1679, 2012.

DISSANAYAKE, Muditha; VASILJEVIC, Todor. Functional properties of whey proteins affected by heat treatment and hydrodynamic high-pressure shearing. **Journal of Dairy Science**, v. 92, n. 4, p. 1387-1397, 2009.

DURCO, Bruna B. et al. Influence of different levels of ethnocentrism of the Brazilian consumer on the choice of dulce de leche from different countries of origin. **Food Research International**, v. 148, p. 110624, 2021.

FREITAS, Soraya Farias de Andrade et al. **Estudo do polimorfismo da kappa-caseína e alfa-lactoalbumina em bovinos Girolando, do Brasil e Siboney, de Cuba**. 2013. Tese (Doutorado Integrado em Zootecnia) - Universidade Federal Rural de Pernambuco, [S. l.], 2013.

GAZE, L. V. et al. Preference mapping of dulce de leche commercialized in Brazilian markets. **Journal of Dairy Science**, v. 98, n. 3, p. 1443-1454, 2015.

HORWITZ, W. **Official Methods of Analysis of AOAC International**. 20 Ed. [Rockville, MD]: AOAC International, 2016.

HOSSAIN, M. Kamal et al. The impact of extruded microparticulated whey proteins in reduced-fat, plain-type stirred yogurt: Characterization of physicochemical and sensory properties. **LWT**, v. 134, p. 109976, 2020.

INOVALEITE. Innovadoce 2022. 2022. Disponível em: <https://www.inovaleite.com/innovadoce>. Acesso em 22 de fevereiro de 2025.

ISO; IDF. ISO/TS 11869: 2012. **Fermented milks — Determination of titratable acidity — Potentiometric method**. [Geneva]: ISO, 2012.

ISO 8968-1. **Milk — Determination of nitrogen content — Part 1: Kjeldahl method**. 3rd ed. [Geneva]: ISO, 2014.

KERCHE, Fernanda; WETERINGS, Martijn; BEYRER, Michael. The effect of temperature and shear upon technological properties of whey protein concentrate:

Aggregation in a tubular heat exchanger. **International Dairy Journal**, v. 60, p. 32-38, 2016.

KIM, Bum-Keun et al. Effect of microparticulated wheat bran on the physical properties of bread. **International Journal of Food Sciences and Nutrition**, v. 64, n. 1, p. 122-129, 2013.

KONTOPIDIS, G.; HOLT, C.; SAWYER, L. Invited review: β -lactoglobulin: binding properties, structure, and function. **Journal of Dairy Science**, v. 87, n. 4, p. 785-796, 2004.

LEDDOMADO, Ludmila S. et al. Technological benefits of using inulin and xylooligosaccharide in dulce de leche. **Food Hydrocolloids**, v. 110, p. 106158, 2021.

LIMA, Pâmela Cristina et al. Obtaining and characterizing “dulce de leche” prepared with sheep’s and cow’s milk in different proportions. **Food Science and Technology**, v. 40, p. 832-837, 2020.

LUND, Marianne N.; RAY, Colin A. Control of Maillard Reactions in Foods: Strategies and Chemical Mechanisms. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 65, n. 23, p. 4537–4552, 2017.

NUNES, Lauane; TAVARES, Guilherme M. Thermal treatments and emerging technologies: Impacts on the structure and techno-functional properties of milk proteins. **Trends in food science & technology**, v. 90, p. 88-99, 2019.

PAULA, Igor L. et al. Técnicas analíticas aplicadas na caracterização das proteínas do soro de leite. *In*: STEPHANI, Rodrigo (Org). **Química Tecnologia e Inovação em Alimentos e Bebidas**. v. 1. Juiz de Fora: Even3 Publicações, 2024, v. 1, p 41-67.

PERRONE, I. T.; STEPHANI, Rodrigo; NEVES, Braz dos Santos. **Doce de leite: aspectos tecnológicos**. Juiz de Fora: Ed. do autor. 186p, 2011.

PINTO, Caroline Barroso dos Anjos et al. Determination of Maillard reaction markers in *doce de leite* by HPLC-PDA. **Química Nova**, v. 7, p. e-20240041, 2024.

PINTO, Caroline Barroso dos Anjos et al. Lactose-free Dulce de leche: compositional characterization, browning and texture profile. **Journal of Dairy Research**, v. 88, n. 4, p. 452-456, 2021.

QUEIROZ, Elza Sales et al. Spray drying and characterization of lactose-free goat milk. **LWT**, v. 147, p. 111516, 2021.

RENARD, D. et al. Heat-induced flocculation of microparticulated whey proteins (MWP); consequences for mixed gels made of MWP and β -lactoglobulin. **Colloids and Surfaces B: Biointerfaces**, v. 24, n. 1, p. 73-85, 2002.

SAMPSON, H. A.; COOKE, S. The antigenicity and allergenicity of microparticulated proteins: Simplesse®. **Clinical & Experimental Allergy**, v. 22, n. 10, p. 963-969, 1992.

SÁNCHEZ-OBANDO, Juan-David et al. Use of optimized microparticulated whey protein in the process of reduced-fat spread and petit-suisse cheeses. **LWT**, v. 120, p. 108933, 2020.

SHEWAN, H. M.; STOKES, J. R. Review of techniques to manufacture micro-hydrogel particles for the food industry and their applications. **Journal of Food Engineering**, v. 119, n. 4, p. 781–792, 2013.

STEPHANI, Rodrigo et al. **Doce De Leite - Market - Science - Technology**. Innóvite, 2023.

STEPHANI, Rodrigo et al. Dulce de Leche—Chemistry and Processing Technology [Internet]. Milk Production, Processing and Marketing. IntechOpen; 2019.

SUN, Chanchan et al. Effect of superfine grinding on the structural and physicochemical properties of whey protein and applications for microparticulated proteins. **Food Science and Biotechnology**, v. 24, p. 1637-1643, 2015.

TAVARES, Guilherme Miranda. Proteínas do soro de leite: aspectos físico-químicos e estruturais. *In*: CARVALHO A. F.; PERRONE I. T.; STEPHANI R.; TAVARES G. M.; RENHE I. R. T. (org.). **Química e tecnologia do soro de leite**. Juiz de Fora: Innóvite, 2020. p. 19–30.

TORO-SIERRA, José; SCHUMANN, Jens; KULOZIK, Ulrich. Impact of spray-drying conditions on the particle size of microparticulated whey protein fractions. **Dairy Science & Technology**, v. 93, n. 4, p. 487-503, 2013.

TORRES, Isabel Celigueta et al. Effect of microparticulated whey protein with varying content of denatured protein on the rheological and sensory characteristics of low-fat yoghurt. **International Dairy Journal**, v. 21, n. 9, p. 645-655, 2011.

WALSTRA, Pieter. **Physical chemistry of foods**. CRC Press, 807p, 2003.

APÊNDICE – Súmula Curricular

DADOS PESSOAIS

Nome: Julia Maria Pires de Matos Vitral.

Local e data de nascimento: Carmo – RJ, 25 de janeiro de 2001.

EDUCAÇÃO

Colégio Santos Anjos, Além Paraíba – MG, 2016 – 2017. Ensino Médio.

Colégio APOGEU, Juiz de Fora – MG, 2018. Ensino Médio.

Universidade Federal de Juiz de Fora – MG, 2019-2024. Graduação em Química (Bacharelado).

OCUPAÇÃO

Bolsista de Iniciação tecnológica e industrial, CNPQ 10/2021 – 07/2024 e Bolsista de Mestrado, CAPES 08/2024-07/2025.

OUTRAS PUBLICAÇÕES (referentes ao período de iniciação científica e mestrado)

- Artigos completos;

Paula, I. L. D., Cunha, C. N., Pinto, C. B., **Vitral, J. M.**, Lazzarini, P. F., Costa, J. D. C. D., ... & Stephani, R. (2024). DEVELOPMENT AND VALIDATION OF A METHODOLOGY FOR QUANTIFICATION OF WHEY PROTEIN FRACTIONS IN MICROPARTICULATE INGREDIENTS. *Química Nova*, 48(3), e-20250038.

de Matos Vitral, J. M. P., do Nascimento, M. P., & de Oliveira, M. A. L. (2025). Alternative method using Multiple-Injection Capillary Zone Electrophoresis with direct UV detection and single-point standard addition for determination of sorbate and benzoate in ready-to-drink tea. *Microchemical Journal*, 208, 112558.

- Apresentação na forma de pôster em evento científico;

VITRAL, J. M. P. M. Utilização de proteínas do soro do leite microparticuladas na produção de doce de leite. Dairy talks. 2024.

PAULA, I. L.; CUNHA, C. N.; PINTO, C. B. A.; **VITRAL, J. M. P. M.**; LAZZARINI, P. F.; COSTA, J. C.; PERRONI, I. T.; OLIVEIRA, L. F. C.; STEPHANI, R. Quantificação

de frações proteicas do soro de leite (α -lactoalbumina e β -lactoglobulina) em produtos microparticulados. Encontro Regional da SBQ-MG. 2023.

LAZZARINI, P. F.; PAULA, I. L.; **VITRAL, J. M. P. M.**; PERRONE, I. T.; OLIVEIRA, L. F. C.; STEPHANI, R. Produção de proteína híbrida microparticulada a partir das proteínas do soro do leite e de ervilha. Encontro Regional da SBQ-MG. 2023.

VITRAL, J. M. P. M.; PAULA, I. L.; LAZZARINI, P. F.; PERRONE, I. T.; OLIVEIRA, L. F. C.; STEPHANI, R. Utilização de proteínas microparticuladas do soro do leite na produção de doce de leite. Encontro Regional da SBQ-MG. 2023.

- Trabalho completo publicado em anais de congresso;

VITRAL, JULIA M. P. M.; PAULA, IGOR L. DE; LAZZARINI, PAOLA F.; PERRONE, ÍTALO T.; OLIVEIRA, LUIZ FERNANDO C. DE; STEPHANI, RODRIGO. APLICAÇÃO DE PROTEÍNAS DO SORO DO LEITE MICROPARTICULADAS NA PRODUÇÃO DE DOCE DE LEITE. In: Dairy Talks Prosas de leiteiros ciência, tecnologia, engenharia e inovação, 2024, Juiz de Fora. Anais do Dairy Talks - Prosas de leiteiros: ciência, tecnologia, engenharia e inovação. Juiz de Fora: Even3, 2024.

LAZZARINI, PAOLA F.; PAULA, IGOR L. DE; **VITRAL, JULIA M. P. M.**; POMBO, ALAN W.; COSTA, JULIANA C. DA; PERRONE, ÍTALO T.; OLIVEIRA, LUIZ FERNANDO C. DE; STEPHANI, RODRIGO. Produção de proteína microparticulada híbrida a base de proteína do soro de leite e proteína de ervilha variando pH e ácido durante a fabricação. In: Dairy Talks Prosas de leiteiros ciência, tecnologia, engenharia e inovação, 2024, Juiz de Fora. Anais do Dairy Talks - Prosas de leiteiros: ciência, tecnologia, engenharia e inovação, 2024.

PAULA, I. L.; **VITRAL, J. M. P. M.**; COUTIN, L. T.; FERREIRA, R. G.; STEPHANI, R. Proteínas microparticuladas híbridas em pó: produção, caracterização e aplicação. In: Dairy Talks Prosas de Leiteiros - tecnologia, engenharia e inovação, 2022, Juiz de Fora. Anais Dairy Talks Prosas de Leiteiros - tecnologia, engenharia e inovação. Juiz de Fora: Innóvite, 2022. p. 13-17.

- Capítulo de livro.

Paula, Igor Lima de; **Vital, Júlia M. P de Matos**; Wolfschoon-Pombo, Alan Frederick; Tavares, Guilherme M.; Stephani, Rodrigo; Perrone, Ítalo Tuler; Oliveira, Luiz Fernando Cappa de. Técnicas analíticas aplicadas na caracterização das proteínas do soro de leite. In: Luiz Fernando Cappa de Oliveira; Ítalo Tuler Perrone; Rodrigo Stephani. (Org.). Química Tecnologia e Inovação em Alimentos e Bebidas. 1ed.: Even3 Publicações, 2024, v., p. 41-67.

CURRICULO LATTES

<http://lattes.cnpq.br/1334769267870733>