

INFLUÊNCIA DA INERTIZAÇÃO COM NITROGÊNIO NA VIDA DE PRATELEIRA DE LEITE EM PÓ INTEGRAL ACONDICIONADO EM EMBALAGENS METALIZADAS FLEXÍVEIS

CAMPOS, Luciana R. ¹; TREPTOW, Rosa de O. ² & SOARES, Germano J. D. ²

¹ ETFPEL - Curso de Química - Praça Vinte de Setembro, 455 - Tel (0532) 845250 - CEP 96015-360 - Pelotas, RS; Brasil.

²UFPEL/FAEM/Dept^o de Ciência e Tecnologia Agroindustrial - Caixa Postal, 354 - CEP 96010-900 - Tel. (0532) 757258 - Pelotas, RS; Brasil.
(Recebido para publicação em 20/05/98)

RESUMO

Avaliou-se a inertização na preservação de leite em pó integral, em embalagens flexíveis, durante 12 meses. Utilizou-se temperatura ambiente no armazenamento, sendo as amostras acondicionadas em atmosfera normal e atmosfera modificada (inertização) com 4% e 1% de oxigênio residual no espaço livre da embalagem; determinando-se os teores de acidez, peróxido, umidade no período de armazenamento, além de avaliações sensoriais de sabor, odor, textura e cor. O leite em pó armazenado à temperatura ambiente não apresentou diferença significativa nas variáveis estudadas. Os resultados obtidos não permitem estabelecer qual dos tratamentos com inertização foi o mais eficiente.

Palavras-chave: tecnologia do leite, inertização, leite em pó integral.

ABSTRACT

INERT ATMOSPHERE IN THE PRESERVATION OF POWDERED WHOLE MILK WITH FLEXIBLE PACKINGThe use of flexible packing under inert atmosphere in the preservation of powdered whole milk was evaluated. The experiment was carried out at ambient temperature for a period of 12 months, with samples packed at normal and modified atmosphere (inert atmosphere) and with 4% and 1% of residual oxygen in the head space. Levels of acidity, peroxide, humidity, were observed, and sensorial evaluations of flavor, scent, texture and color were performed. The powdered milk stored at ambient temperature presented no significant difference in the variables studied.

Key Words: mylk technology, modified atmosphere, inert atmosphere, dry whole milk

INTRODUÇÃO

A qualidade dos nutrientes do leite cru, ou em seus derivados, coloca-o entre os alimentos mais importantes da dieta humana, especialmente de crianças e jovens, pois os mesmos têm maior necessidade de proteínas, vitaminas e ácidos graxos essenciais. O leite, além de alta perecibilidade, está sujeito a entressafra, durante os meses de maio e agosto, quando o volume produzido pode diminuir, até 35%. Nesse aspecto, a produção do leite em pó é fundamental, permitindo a armazenagem econômica e regulando a política comercial e mercado consumidor.

A importância estratégica do leite em pó, na indústria laticinista, reflete-se nitidamente na bacia leiteira de Pelotas, a qual vem incrementando a produção desse derivado, a partir dos anos oitenta. Em 1983, o total de leite em pó processado foi de 348.175kg. Neste montante, estão incluídos os tipos desnatado e integral, o último em menor proporção (AEAPEL, 1986). Em 1996, a produção dos dois tipos de leite em pó foi consideravelmente aumentada, passou para 2.335.738kg, quando também se observou uma inversão significativa na posição do tipo integral, cuja quantidade industrializada, atingindo 1.532.152kg, corresponde a 66% do total.

Segundo ORTIZ et alii (1980), o Decreto nº 30.691, de março de 1952, alterado pelo Decreto nº 1255 de 25 de junho de 1962, do Ministério da Agricultura, definiu, no Capítulo V, os parâmetros para leite desidratado. Entre os vários parâmetros pode-se destacar que o leite em pó para consumo humano, de acordo com o Artigo 667, item 6, "deve ser acondicionado de maneira a ficar ao abrigo do ar e de qualquer causa de deterioração, exigindo-se tratamento por gás inerte, aprovado pelo Departamento Nacional Inspeção Produto Origem Animal (D.I.P.O.A)., quando se trate de leite em pó integral, padronizado, magro e semidesnatado", enquanto no Artigo 668, item 1, classifica quanto ao teor de gordura "leite em pó integral ou gordo, o que apresenta no mínimo 26% de gordura" e, finalmente, no Artigo 669, considera

impróprio para o consumo o leite desidratado que apresentar “cheiro e sabor estranhos, de ranço, de mofo e outros”.

As normas do Serviço Inspeção Produto Animal (S.I.P.A.), proibem a utilização de antioxidante no leite em pó para consumo humano. Portanto, para assegurar vida-de-prateleira de 12 meses, com esse tipo de embalagem, há necessidade de controle do oxigênio residual, temperatura e umidade do produto, para evitar alterações de cor e, principalmente, a oxidação das gorduras.

Nos produtos com baixos teores de umidade, as principais causas de alterações decorrem de mecanismos químicos, seja através de reações oxidativas, hidrolíticas ou de escurecimento. Segundo LABUZA (1971), os triacilgliceróis, formados pela esterificação de glicerol com ácidos graxos, são extremamente suscetíveis ao ataque pelo oxigênio, de modo que a rancidez em produtos gordurosos é bastante significativa como alteração, gerando produtos organolepticamente inaceitáveis, induzindo à produção de odores e sabores estranhos, além de outros efeitos degradativos, como perda de cor, destruição de vitaminas, polimerização de compostos e perda de valor nutritivo.

MADI *et alii* (1984), estudaram 3 condições de estocagem a fim de estabelecer a vida útil do leite em pó integral, utilizando embalagens metálicas e flexíveis. Esses autores não encontraram diferença significativa na vida de prateleira, entre as amostras que utilizaram embalagens metálicas, com níveis de oxigênio entre 2 e 12%. Também concluíram que a vida útil das latas com injeção de gás inerte foi de 6 meses, nas 3 condições de estocagem, diminuindo para 3 meses, com embalagem de polietileno pigmentado, nas temperaturas de 23° e 30°C, com umidade relativa (UR) de 65 e 80%; tendo sido de apenas 20 dias, quando armazenado a 38°C e 90% UR.

Os procedimentos que modificam a atmosfera do produto embalado, controlando oxidações lipídicas e prolongando a vida útil, desenvolveram-se rapidamente, devido à ampla possibilidade de utilização em vários alimentos, adequando-se, com facilidade, aos diferentes tipos de processamento. Entre os métodos usados para modificar a atmosfera, inclui-se a injeção de gases por diluição ou vácuo seguido da injeção de gases. Na injeção de gases por diluição, o ar contido na embalagem é substituído por uma corrente contínua de gases (flushing) que dilui o ar em torno do produto, antes de lacrar a embalagem. Já no processo a vácuo, o ar é simplesmente extraído da embalagem, e o vácuo resultante é quebrado por meio da injeção da mistura desejada de gases. Esse último processo é mais lento que o de injeção de gases, mas, como a remoção do ar é quase total, tem maior eficiência e deixa menos

resíduo de oxigênio, com menor consumo de gás (SARANTÓPOULOS & SOLER, 1988).

Fundamentado no exposto, avaliou-se a influência da inertização com nitrogênio no retardamento ou inibição de reações oxidativas na vida de prateleira de leite em pó integral acondicionado em embalagens metalizadas flexíveis, utilizando-se parâmetros físico-químicos e análises sensoriais.

MATERIAL E MÉTODOS

Utilizou-se o leite em pó integral, obtido por “spray drying”, marca comercial DANBY, produzido na Usina de Beneficiamento Cooperativa Sul Riograndense de Laticínios Ltda. (COSULATI), Capão do Leão, RS.

Utilizou-se embalagens metalizadas flexíveis para leite em pó, com capacidade para 200g, produzidos pela Empax Embalagens Ltda., com a seguinte composição:

Verniz + Tintas	4,0g/m ²
Poliéster 10 µ	14,0g/m ²
Metalização	0,1g/m ²
Adesivo	2,5g/m ²
Filme de PEBD	45,0g/m ²
Total	65,6g/m ²
Largura	304mm
Passo de fotocélula	205mm
Taxa de permeabilidade ao vapor d'água	1.0 a 3,0g H ₂ O/m ² .dia
Taxa de permeabilidade ao oxigênio	1.0 a 15,0 cm ³ O ₂ /m ² .dia

Delineamento experimental

Amostras acondicionadas sem inertização à pressão atmosférica, contendo cerca de 21% de oxigênio (controle).

Atmosfera modificada (inertização com nitrogênio)

a) residual de 1% O₂: acondicionamento das amostras realizado sob atmosfera de nitrogênio, contendo cerca de 1% de oxigênio residual.

b) residual de 4% O₂: acondicionamento das amostras realizado sob atmosfera de nitrogênio, regulada, para obter o residual de 4% de oxigênio.

Condição de estocagem

Ambiente - as amostras foram mantidas em prateleiras com temperatura média de 18,21°C e 79,6% de UR conforme avaliação da Estação Agroclimatológica da UFPEL.

O leite em pó integral foi estocado por um período de 12 meses. As análises foram realizadas em intervalos regulares de 2 meses, onde as amostras foram retiradas dos respectivos lotes, aleatoriamente.

Análises físico-químicas e microbiológicas

a) Cinzas: Através da metodologia preconizada pelo A.O.A.C. n.16.216 (1984).

b) Proteínas: Determinada pelo Método de Kjeldahl, segundo A.O.A.C. n.16.213 (1984).

c) Lipídios: Utilizou-se o Método de Bligh & Dyer, descrito por Contreras-Guzman (1982)

d) Lactose: Foi empregado o Método VII - CIENTEC - Programa Interlab- segundo metodologia LANARA (1981) e do Instituto Adolfo Lutz (1985)

e) Umidade: Segundo metodologia LANARA (1981)

f) Colimetria, Contagem Total, Fungos e Leveduras: Segundo metodologia LANARA (1981)

g) Valor de peróxido: A extração da gordura do leite em pó integral foi baseada no método de Bligh & Dyer, descrito por Contreras-Guzman (1982), e o peróxido determinado, utilizando-se a metodologia Cd 8-53, descrita pela A.O.C.S. (1987), sendo expresso em miliequivalentes de peróxidos por quilograma de gordura.

h) Acidez: A extração da gordura do leite em pó integral foi baseada no método de Bligh & Dyer, descrito por CONTRERAS-GUZMAN (1982), e a acidez determinada, utilizando-se a metodologia Aa 6-38, descrita pela A.O.C.S. (1987), sendo expresso o teor de acidez em ácido oléico.

Análise sensorial

Na seleção e treinamento dos julgadores, empregaram-se o teste triangular e o de ordenação (ANZALDÚA, 1994).

TABELA 2 - Parâmetro físico-químico e microbiológico do leite em pó integral

Parâmetros	Unidade	Quantidade
Peróxido	meq/kg gordura	0
Acidez	% ác.oléico/gordura	1,12
Contagem total	UFC / g	$6,5 \times 10^2$
Fungos e leveduras	UFC / g	$<10^2$
Coliformes	UFC/g	0

UFC = Unidades Formadoras de Colônias

Contagem total = contagem total de microrganismos aeróbicos e facultativos viáveis.

Equipe treinada de 7 julgadores avaliou, em intervalos regulares de 2 em 2 meses, o leite em pó nos atributos sabor, odor, textura e cor, através do método descritivo (ABNT 1993), sendo utilizadas escalas não estruturadas de 9cm.

Análise estatística

O delineamento estatístico na avaliação físico-química seguiu modelo fatorial inteiramente casualizado. As comparações de médias foram realizadas através de análise de variância, aplicado o teste de Duncan ao nível de 5% de probabilidade, utilizando-se o sistema de análise estatística para microcomputadores SANEST (Zonta & Machado, 1987).

O delineamento estatístico na análise sensorial seguiu modelo de blocos inteiramente casualizados, e os testes de médias foi o mesmo utilizado no item anterior.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

A composição e as características qualitativas, em termos físico-químicos e microbiológicos, do leite em pó, no início do armazenamento, estão nas Tabelas 1 e 2.

TABELA 1 - Composição centesimal do leite em pó integral

Componente	Quantidade (%)
Umidade	2,12
Cinza	8,42
Proteína	24,39
Gordura	27,98
Lactose	37,09

A composição centesimal do leite em pó integral, utilizado no experimento, encontra-se dentro dos parâmetros normais estipulados pela legislação brasileira, considerando-se, especialmente a umidade, que deve ser inferior a 3%, e o teor lipídico, com o mínimo de 26% de gordura.

Do ponto de vista sanitário, o leite em pó também apresentou qualidade satisfatória, com a contagem de microorganismos dentro dos limites especificados pela Comissão Nacional de Normas e Padrões para Alimentos (C.N.N.P.A), citados por MADI *et alii* (1984).

Os valores de acidez durante o período de armazenamento do leite em pó, acondicionado em embalagem metalizada flexível, encontram-se na

Tabela 3. Houve aumento significativo dos níveis de acidez com o tempo de estocagem. Aumentos de acidez com o tempo de estocagem foram observados por diversos autores, entre os quais podem ser citados SOLER *et alii*, 1986; MADI *et alii*, 1984; encontrando-se, geralmente, associados a reações químicas de oxidação no produto e à taxa de permeabilidade ao oxigênio (TPO₂) pela embalagem.

TABELA 3 - Acidez em função do tempo de armazenamento de leite em pó integral

Armazenamento (dias)	ACIDEZ (% ác.olêico/gordura)		
	Atmosfera normal	Atmosfera modificada*	
		4% O ₂ residual	1% O ₂ residual
0	1,12	1,12	1,12
30	1,48	1,12	1,71
60	1,74	1,20	1,77
120	2,15	1,59	2,09
180	1,68	1,11	1,31
240	2,39	1,58	2,00
300	2,08	1,88	2,09
365	2,34	2,48	1,95

* Oxigênio substituído por nitrogênio

O leite em pó armazenado a temperatura ambiente não apresentou valores que diferem significativamente entre os tratamentos, com o decorrer do tempo, exceto aos 240 dias onde o leite embalado em atmosfera normal apresentou valores superiores (Teste de Duncan 5% de probabilidade) dos demais tratamentos.

A evolução do processo oxidativo, no período de armazenamento do leite em pó integral, encontra-se na Tabela 4. Valores zero de peróxido foram observados no início do armazenamento do leite em pó, atingindo, aos 120 dias, o pico máximo e novamente decaindo até os níveis da fase inicial, aos 365 dias.

TABELA 4 - Peróxido em função do tempo de armazenamento de leite em pó integral

Armazenamento (dias)	PERÓXIDO (meq/kg de gordura)		
	Atmosfera normal	Atmosfera modificada*	
		4% O ₂ residual	1% O ₂ residual
0	0,00	0,00	0,00
30	0,03	0,04	0,16
60	0,30	0,22	0,46
120	0,74	0,66	0,62
180	0,37	0,30	0,24
240	0,34	0,18	0,26
300	0,53	0,41	0,60
365	0,00	0,00	0,00

* Oxigênio substituído por nitrogênio

Não houve diferença significativa nos valores de peróxidos, segundo os diferentes tratamentos empregados, verificando-se também que todos os níveis são inferiores a 0,98meq/kg de gordura, os quais correspondem a baixos teores, demonstrando, conseqüentemente, pequena velocidade de oxidação no produto, se comparados com níveis mencionados na literatura. MADI *et alii* (1984) encontraram valores não superiores a 3 meq/kg de gordura para peróxido,

durante a estocagem do leite em pó integral, utilizando embalagens metálicas, com níveis de oxigênio entre 2 e 12%. O tempo de armazenamento de 120 dias, para atingir o nível máximo de peróxidos também está similar ao obtido por SOLER *et alii* (1991), diferindo apenas nos valores máximos observados, visto que atingiram 4,0meq/kg de gordura.

O aumento da umidade do leite em pó integral, no tempo de armazenagem (Tabela 5), decorrente da permeabilidade da embalagem ao vapor d'água, ultrapassou o limite permitido pela legislação brasileira

de 1984. Atualmente, no âmbito do Mercosul (DIÁRIO OFICIAL, 1996), admite-se a umidade máxima de 3,5% para o leite em pó integral e de 4% para o desnatado.

TABELA 5 - Umidade em função do tempo de armazenamento de leite em pó integral.

Armazenamento (dias)	UMIDADE (%)		
	Atmosfera normal	Atmosfera modificada*	
		4% O ₂ residual	1% O ₂ residual
0	2,08	2,08	2,08
30	2,20	2,26	2,14
60	2,19	2,39	2,76
120	2,97	3,26	2,79
180	3,27	3,68	3,54
240	2,99	3,29	3,05
300	3,23	2,63	3,15
365	3,13	2,99	3,29

* Oxigênio substituído por nitrogênio

Esses teores de umidades são similares aos observados e preconizados por CHEFTEL et alii (1992) para o leite em pó armazenado em condições ideais, ou seja, ao abrigo de luz, sob vácuo e à temperatura de 10°C.

Não existe diferença estatística de umidade entre os tratamentos no período de armazenamento.

A qualidade do leite em pó integral foi avaliada pela análise sensorial (Figuras 1, 2, 3 e 4), a qual incluiu sabor, odor, textura e cor. Não houve diferença significativa para esses fatores entre os tratamentos do leite em pó, armazenado à temperatura ambiente.

$$\begin{aligned} \text{---} \blacklozenge \text{---} & Y = -0,048689 + 0,0022130x & r^2 = 0,96 \\ \text{---} \times \text{---} & Y = -0,036337 + 0,0014512x & r^2 = 0,87 \\ \text{---} \square \text{---} & Y = -0,001181 + 0,0014060x & r^2 = 0,96 \end{aligned}$$

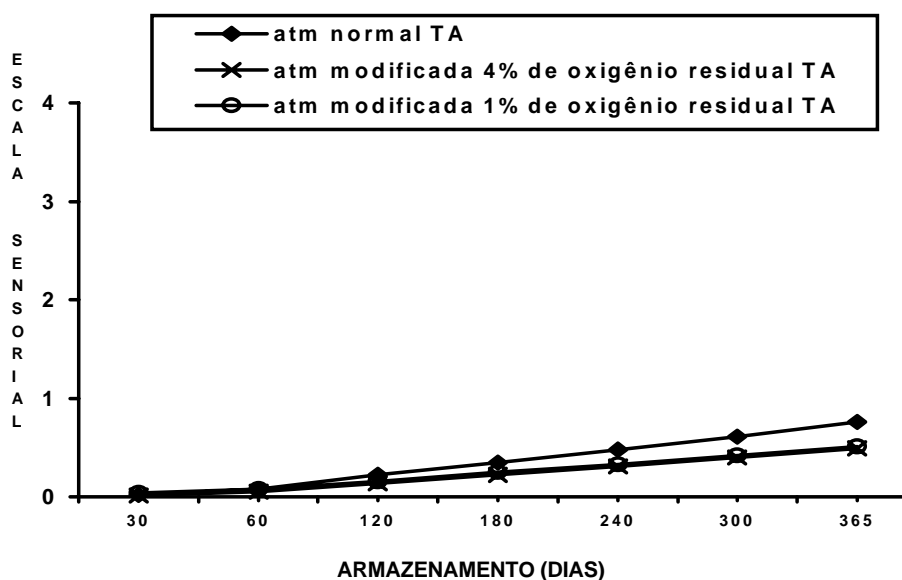


Figura 1 - Avaliação de sabor de leite em pó integral.

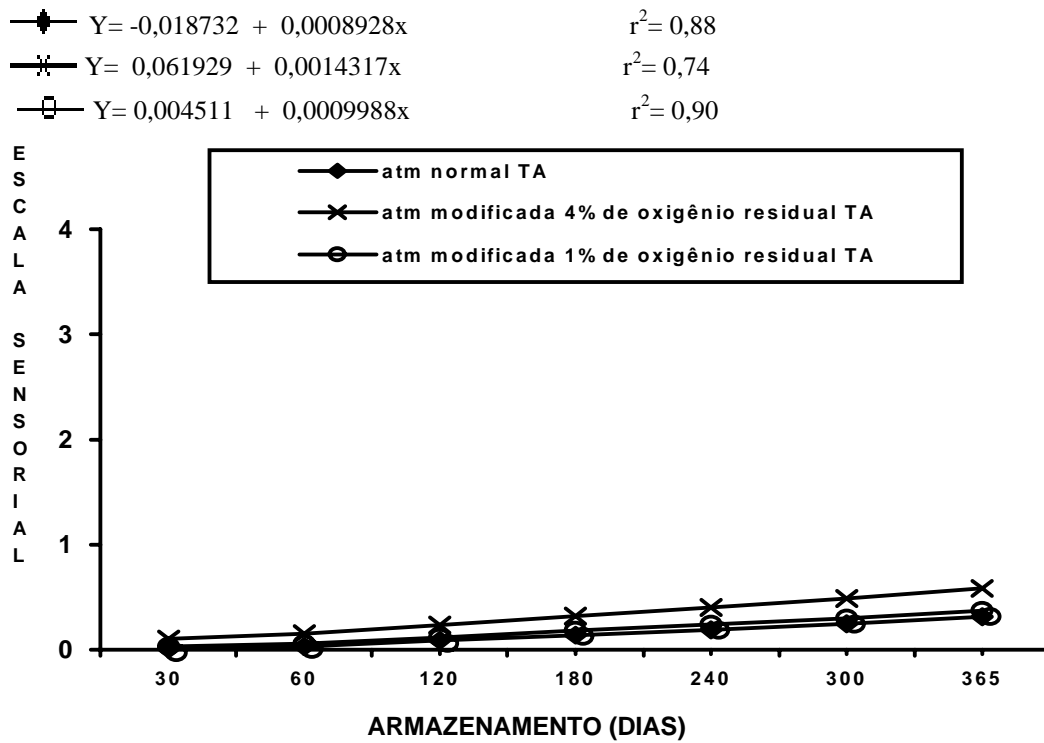


Figura 2 - Avaliação de odor de leite em pó integral.

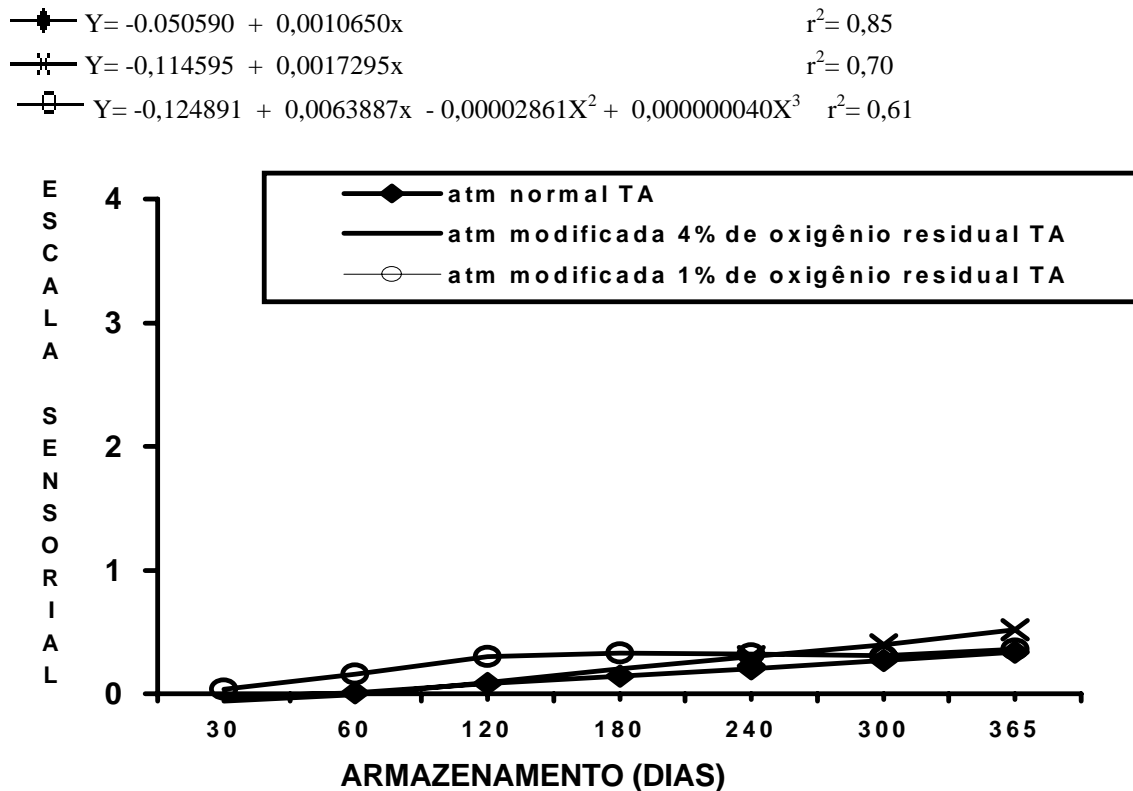


Figura 3 - Avaliação da textura de leite em pó integral

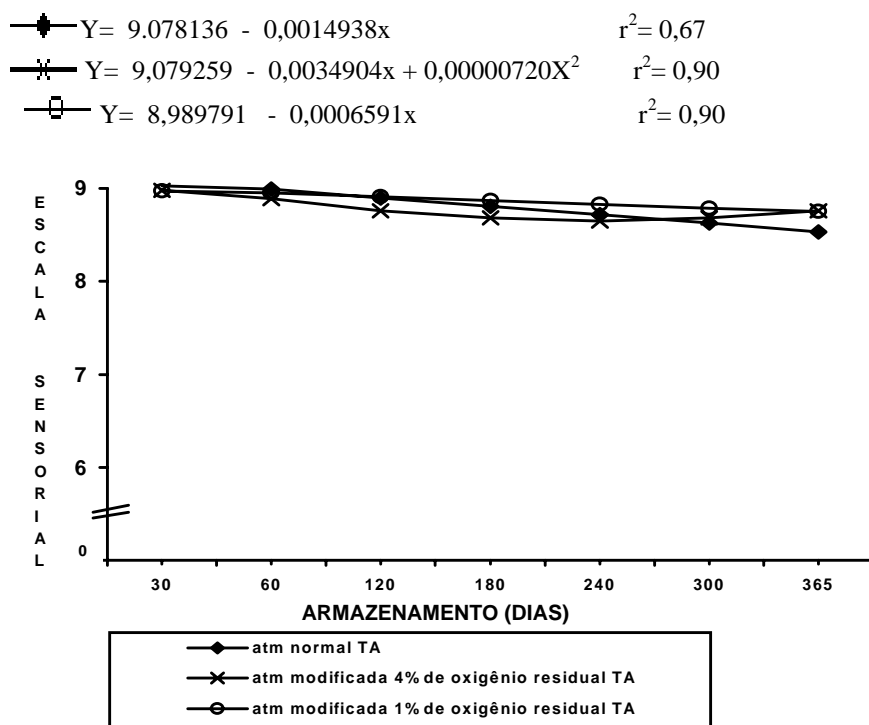


Figura 4 - Avaliação da cor de leite em pó integral.

CONCLUSÕES

Nas condições do experimento, conclui-se que:

Leite em pó integral acondicionado em embalagem flexíveis com características similares às utilizadas, quando armazenado em temperatura ambiente e umidade relativa (médias anuais de 18,21°C e 79,6%, respectivamente) não necessita de processo de inertização para manter a qualidade no período de 12 meses de vida útil.

Entre os processos de inertização (1%O₂ e 4% O₂, residual) no período estudado, não é possível verificar o de melhor desempenho.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- A.O.A.C. ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS. **Official methods of analysis**. 14. Ed. Arlington, 1984. P. 302 - 303.
- A.O.C.S. AMERICAN OIL CHEMISTS SOCIETY. **Official and tentatives methods**. 3. Ed. Illinois, 1987.
- AEAPEL, **Perspectivas e Alternativas da Agropecuária e Agroindústria no Município de Pelotas**, 1986. 573p.
- ANZALDÚA - MORALES, A. **La evaluación sensorial de los alimentos en la teoría y la práctica**. Zaragoza: Acríbia, 1994. 198 p.
- ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. **Métodos e Análises Sensorial dos Alimentos - Classificação**. São Paulo: ABNT. 1993. 2p.
- CHEFTEL, J. C. ;CHEFTEL, H. & BESANÇON P. **Introduccion a La Bioquimice y Tencologia de Los Alimetnos V I**. 2^a Ed. Acríbia, Zaragoza 1992. 331 p.
- CHEFTEL, J. C. ;CHEFTEL, H. & BESANÇON P. **Introduccion a La Bioquimice y Tencologia de Los Alimetnos V II**. 2^a Ed. Acríbia, Zaragoza 1992. 404 p.
- CONTRERAS-GUSMAN, E. S. **Manual de métodos para avaliação de produtos alimentares para merenda escolar**. Campinas, Fundação Tropical de Pesquisas, Ciências e Tecnologia, 1982.
- Diário Oficial da União. Portaria n^o. 146 de 07/03/1996. **Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade de Leite em Pó**. DOU n^o. 48 de 11/03/1996. Seção 1, p. 3985
- INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Métodos Químicos e Físicos para Análise de Alimentos**. Normas Analíticas. v. 1. 3^a ed. São Paulo. 1985.
- JENSEN, G. K. & NIELSEN, P. **Reviews of the progress of dairy science: milk powder and**

- recombination of milk and milk products.** Journal of Dairy Research 49(3) : 515 - 544, 1982.
- LABUZA, T.F. **Kinetics of lipid oxidation in foods.** CRC Critical Reviews in Food Technology 2(3) 355 - 405, 1971.
- LANARA - **Métodos Analíticos Oficiais Para Controle de Produtos de Origem Animal e Seus Ingredientes - II - Métodos Físicos e Químicos,** 1981.
- LANARA - **Métodos Analíticos Oficiais Para Controle de Produtos de Origem Animal e Seus Ingredientes - I - Métodos Microbiológicos,** 1981.
- MADI, L. F. C. ;ORTIZ, S. A.; ARDITO, E. F. G.; MORI, E. E. M., FERREIRA, V. L. P.; DELAZARI, I. FIGUEIREDO, I. B.; SHIROSE, I.; TRAVAGLINI, M. E. **Estudo da estabilidade e vida de prateleira do leite em pó integral.** Boletim do Instituto de Tecnologia de Alimentos 21 (3): 381 - 428, 1984.
- ORTIZ, S. A.; MADI, L. F. C.; ALVIM, D. D.; FERNANDEZ, M. H. C. **Manual de legislação de embalagens para alimentos no Brasil.** Campinas, ITAL e SBCTA, 1980. p. 1 - 35.
- SANDERSON, W. B. **Instant milk powders: manufacture and Keeping quality.** New Zealand Journal of Dairy Science and Technology 13(3): 137 - 143, 1978.
- SARANTOPOULOS, C & SOLER, R. M. **Embalagens com atmosfera modificada/controlada.** In: Novas tecnologias de acondicionamento de alimentos. Embalagens flexíveis e semi-rígidas. Campinas, ITAL/SBCTA, 1988. Cap 5 p.105-140.
- SOLER, R. M. , FARIA, E. V. , MORI, E. E. , FERREIRA, V. L. , XAVIER, R. L. , SHIROSE, I. , **Desempenho de Latas de Folha não Revestida no Acondicionamento de Leite em Pó Integral.** Colet. ITAL, Campinas, 21 (1): 145-154, jan./jun. 1991.
- ZONTA, E. P. e MACHADO, A. A. **SANEST - Sistema de análise estatística para microcomputadores** Pelotas. 1984 (registrado na secretaria especial de informática sob nº 066060/categoria A)