

Estudo da cristalinidade da lactose e da sacarose utilizando análises em DSC

Jordana Boschetti Susin¹, Andrea Bordin Schumacher^{1,2}, Nilo Sérgio Medeiros Cardozo¹

Introdução

No processamento de produtos lácteos, a formação de grandes cristais de lactose gera um defeito chamado arenosidade, que pode ser detectada pelo paladar. Considerando o impacto causado pela cristalização da lactose na qualidade de alimentos, torna-se importante desenvolver métodos adequados para determinar o grau de cristalização de lactose em produtos lácteos, sob diferentes condições de processamento e armazenamento [1]. A calorimetria exploratória diferencial (DSC) pode ser utilizada para estudar a cristalização nos sistemas compostos por carboidratos [2]. No entanto, os

açúcares degradam a altas temperaturas [1] e alguns carboidratos podem caramelizar concomitantemente com o processo de fusão ou, ainda, se decompor antes de fundir; estes podem ser fatores dificultadores do processo de análise de amostras açucaradas em DSC. Neste contexto, o presente trabalho tem por objetivos estudar o comportamento geral da sacarose, da lactose e de suas misturas em ensaios calorimétricos e desenvolver ferramentas para a avaliação quantitativa dos termogramas obtidos.

Materiais e metodologia

Materiais: lactose p.a. (Watters) e sacarose p.a. (Watters).

Análises térmicas:

Equipamento: DSC/TGA (TA Instrumets, SQT-600)

Amostras analisadas: lactose (LAC) e sacarose (SAC) puras e misturas com diferentes percentuais destes dois açúcares.

Procedimento de medida: rampas de aquecimento de 30 °C até 300 °C com taxa de 10 °C/min.; massas de amostra entre 10 e 20 mg; análises realizadas em triplicata; valores de entalpia de fusão ($\Delta H_{\text{fusão}}$) obtidos pelo cálculo de área dos picos dos gráficos de fluxo de calor *versus* temperatura (curvas de fluxo de calor).

Tratamento de dados: por meio de funções desenvolvidas em Matlab ®.

Resultados e discussão

Análise das amostras em DSC/TGA

As Figuras 1 e 2 apresentam as curvas de fluxo de calor e de variação de peso obtidas em DSC/TGA para sacarose p.a. e lactose p.a., respectivamente.

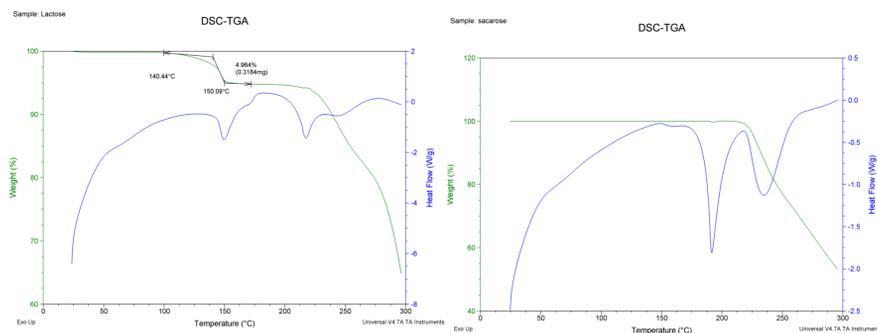


Figura 1 – Curvas de DSC/TGA para sacarose p.a.

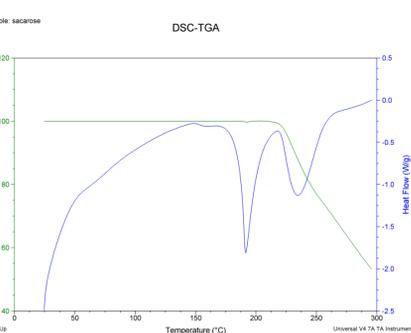


Figura 2 – Curvas de DSC/TGA para lactose p.a.

Sacarose p.a. → 2 picos: fusão de cristais (início em 170,7 °C) e degradação (217,49 °C).

Lactose p.a. → 3 picos: desidratação (133,38 °C), pico exotérmico (171,92 °C) e fusão (210,54 °C).

Caracterização térmica das misturas de sacarose PA e lactose PA

Foram elaboradas 13 misturas com diferentes percentuais de sacarose p.a e lactose p.a. Os valores de fração mássica da lactose variaram de 0,09 a 0,69.

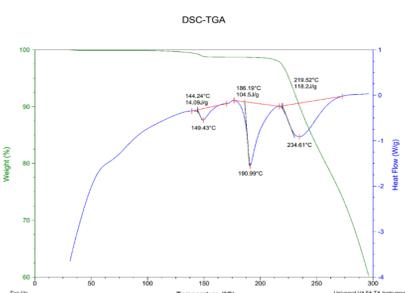


Figura 3 – Gráfico obtido em análise em DSC/TGA para a mistura A (fração mássica de lactose: 0,16)

Mistura → 3 picos: o primeiro referente a desidratação das moléculas de lactose. Os outros dois picos apresentam contribuições do pico de fusão da sacarose (170,7°C), do pico de degradação da sacarose (217,49), do pico exotérmico da lactose (171,92 °C) e do pico de fusão da lactose (210,54 °C).

Tratamento dos dados obtidos em DSC para as misturas dos padrões utilizando Matlab

Passos de análise

Leitura dos dados obtidos de DSC

→

Definição de vetores contendo os dados de fluxo de calor (h) e temperatura (T) obtidos para a amostra no DSC.

Interpolação dos dados

→

Geração de pontos igualmente espaçados na escala de temperatura (h_{interp} , T_{interp}) para possibilitar a utilização de operações vetoriais simples nas etapas subsequentes de tratamento dos dados.

Identificação de picos e de suas linha de base

→

1) Especificação dos pontos que limitam o pico de interesse.
2) Definição de vetores auxiliares de dimensão reduzida contendo somente a informação da região de interesse ($T_{\text{interp_pico}}$, $h_{\text{interp_pico}}$)
3) Cálculo da equação da linha de base a partir dos 2 pontos que limitam o pico.
4) Geração dos pontos da linha de base ($T_{\text{interp_pico}}$, $h_{\text{linha_de_base}}$) a partir da equação da reta (passo 3).

Subtração da linha de base

→

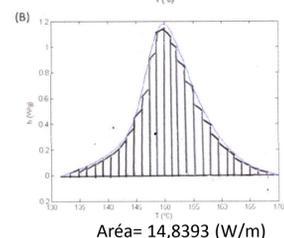
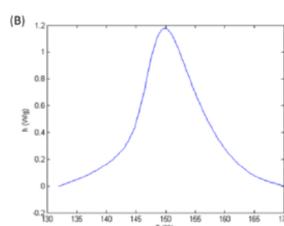
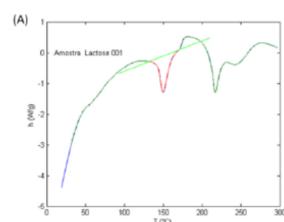
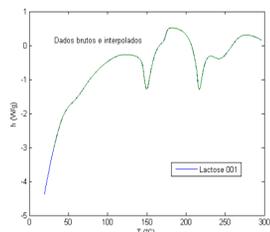
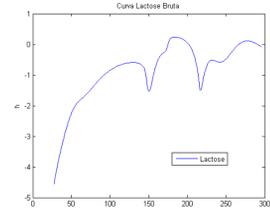
Subtração vetorial da linha de base:
 $h_s = h_{\text{interp_pico}} - h_{\text{linha_de_base}}$

Cálculo da área

→

Utilização da regra dos trapézios para integrar a curva de h_s e obter a área do pico de interesse.

Resultado



Conclusão

Foi possível identificar a natureza dos picos obtidos nas análises por DSC e TGA de sacarose, lactose e suas misturas. Os códigos desenvolvidos em Matlab permitiram a análise quantitativa dos picos identificados e servirão como base nas etapas futuras do trabalho, nas quais se pretende a comparação dos termogramas das misturas com aquele obtido pela soma ponderada dos termogramas dos açúcares puros. Isto servirá para avaliar a viabilidade da determinação do percentual cristalino de lactose e sacarose em alimentos mais complexos a partir de dados de DSC.

Referências:

- [1] KEDWARD et al., 1998
[2] OTTENHOF, 2003

Agradecimentos:

