

JAQUELINE VIEIRA PIOVEZANA GOMES

**CONCENTRADO PROTEICO DE SORO DE LEITE ADICIONADO DE
EXTRATO DE CÚRCUMA DESENVOLVIDO POR SECAGEM EM LEITO DE
ESPUMA E *SPRAY DRYING*: ASPECTOS NUTRICIONAIS E TECNOLÓGICOS**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Viçosa, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Ciência da Nutrição, para obtenção do título de *Magister Scientiae*.

VIÇOSA
MINAS GERAIS-BRASIL
2019

Ficha catalográfica preparada pela Biblioteca Central da Universidade
Federal de Viçosa - Câmpus Viçosa

T

G633c
2019
Gomes, Jaqueline Vieira Piovezana, 1992-
Concentrado proteico de soro de leite adicionado de extrato
de cúrcuma desenvolvido por secagem em leito de espuma e
spray drying : aspectos nutricionais e tecnológicos / Jaqueline
Vieira Piovezana Gomes. – Viçosa, MG, 2019.
xvii, 157 f. : il. (algumas color.) ; 29 cm.

Inclui anexos.

Inclui apêndices.

Orientador: Ceres Mattos Della Lucia.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Viçosa.

Inclui bibliografia.

1. Nutrição - Avaliação. 2. Novos produtos -
Desenvolvimento. 3. Tecnologia de alimentos. 4. Secagem.
5. Atomização. I. Universidade Federal de Viçosa. Departamento
de Nutrição e Saúde. Programa de Pós-Graduação em Ciência da
Nutrição. II. Título.

CDD 22. ed. 613.282

JAQUELINE VIEIRA PIOVEZANA GOMES

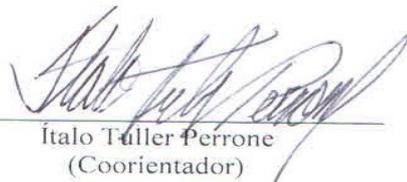
**CONCENTRADO PROTEICO DE SORO DE LEITE ADICIONADO DE
EXTRATO DE CÚRCUMA DESENVOLVIDO POR SECAGEM EM LEITO DE
ESPUMA E *SPRAY DRYING*: ASPECTOS NUTRICIONAIS E
TECNOLÓGICOS**

Dissertação apresentada à Universidade Federal de Viçosa, como parte das exigências do Programa de Pós-Graduação em Ciência da Nutrição, para obtenção do título de *Magister Scientiae*.

APROVADA: 27 de fevereiro de 2019.



Eliana Carla Gomes de Souza
(Coorientadora)



Ítalo Tuller Perrone
(Coorientador)



Pamella Cristine Anunciação



Ceres Mattos Della Lucia
(Orientadora)

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus, por me abençoar durante esse caminho.

À Universidade Federal de Viçosa e ao Departamento de Nutrição e Saúde (DNS), pela oportunidade de realização do mestrado.

Ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPQ) pela concessão da bolsa de mestrado e pelo apoio no desenvolvimento do trabalho.

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais (FAPEMIG) e à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pelo apoio financeiro a projetos e bolsas de pesquisa.

Ao meu esposo Thiago Júnior, por todo apoio, amor, amizade, compreensão, encorajamento, cuidado e paciência sempre demonstrados.

Agradeço aos meus pais, José e Ana Maria, pelo apoio, carinho e encorajamento em todos os momentos da minha vida. Ao meu irmão Jordane, pelo seu apoio, incentivo e carinho.

A minha orientadora, Dra. Ceres Mattos Della Lucia, meu profundo agradecimento pelos conhecimentos transmitidos, dedicação, compreensão, paciência e disponibilidade durante as orientações e pela amizade.

Aos coorientadores, Dra. Eliana Carla Gomes de Souza, Dra. Helena Maria Pinheiro Sant'Ana, Dr. Mateus da Silva Junqueira, agradeço o apoio e disponibilidade. Em especial agradeço ao Dr. Ítalo Tuller Perrone, pelo apoio desde o início desta pesquisa, pela partilha de conhecimentos e pela disponibilidade sempre demonstrada.

À Dra. Maria Sônia Lopes Duarte (DNS/UFV) e à Dra. Pamella Cristine Anunciação (DNS/UFV) agradeço por terem aceito o convite de participação da banca examinadora.

Agradeço imensamente ao Sr. Fernando Pereira, proprietário da Polidryer, pelo empréstimo da secadora para realização da secagem em leito de espuma. E a sua filha Bárbara Pereira, pela partilha de conhecimentos estatísticos e pela disponibilidade sempre demonstrada.

Agradeço a todos do laboratório e da plataforma INOVALEITE/UFV do Departamento de Alimentos que estiverem comigo durante o experimento, principalmente à Tatiana Lopes Fialho, Vinícius Rodrigues (Técnico do laboratório) e Júlia d'Almeida Francisquini por toda disponibilidade e apoio.

Agradeço também à equipe do Laboratório QUIMTEC/NEEM do Departamento de Química (UFJF), principalmente ao Rodrigo Stephanie ao Luiz Fernando C. de Oliveira, pelas análises realizadas.

Ao professor Dr. Antônio Fernandes de Carvalho, pelo fornecimento do soro concentrado para a condução deste experimento, e por ter aberto as portas da plataforma INOVALEITE para nós.

Ao professor Dr. Paulo César Stringheta, pela disponibilidade e atenção em transmitir conhecimentos a respeito da análise de curcumina, muito obrigada.

A toda equipe do Laboratório de Análise de Vitaminas (LAV/DNS-UFV), meu eterno agradecimento pelo espírito de equipe e total construção do meu aprendizado. Em especial, agradeço a Lívyá Alves Oliveira, pela parceria, pelos momentos de descontração, apoio e por toda ajuda que recebi.

À técnica Regina Célia Rodrigues M. Milagres, coordenadora do Laboratório de Análise de Alimentos e ao técnico Ricardo de Brito, pelo apoio nas análises de composição centesimal.

Imensa gratidão a todos os familiares, que sempre torceram pelo meu sucesso.

Obrigada a todos que, de alguma forma, contribuíram para que o meu trabalho fosse mais completo.

BIOGRAFIA

Jaqueline Vieira Piovezana Gomes, filha de José Zinato Piovezana e Ana Maria Carneiro Vieira, nasceu em 24 de fevereiro de 1992, em Piedade de Ponte Nova, Minas Gerais.

Em março de 2013, ingressou no curso de Nutrição da Universidade Federal de Viçosa (UFV) e graduou-se Nutricionista em janeiro de 2017.

Em março de 2017, iniciou o mestrado no Programa de Pós-Graduação em Ciência da Nutrição (UFV), submetendo-se à defesa da dissertação em fevereiro de 2019.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	viii
LISTA DE TABELAS	x
LISTA DE ABREVIACÕES	xi
LISTA DE SÍMBOLOS	xiii
RESUMO	xiv
ABSTRACT	xvi
1. INTRODUÇÃO GERAL	1
REFERÊNCIAS	2
2. REVISÃO DE LITERATURA	5
2.1 Soro de Leite	5
2.1.1 <i>Composição</i>	5
2.1.2 <i>Propriedades fisiológicas, nutricionais e funcionais</i>	6
2.1.3 <i>Aplicações do soro de leite na indústria</i>	7
2.1.4 <i>Processo de separação por membranas</i>	8
2.1.5 <i>Concentrado proteico de soro de leite e atividade física</i>	9
2.2 Cúrcuma	10
2.2.1 <i>Botânica da cúrcuma (Curcuma Longa L.)</i>	10
2.2.2 <i>Composição da cúrcuma</i>	12
2.2.3 <i>Propriedades fisiológicas, nutricionais e funcionais</i>	14
2.2.4 <i>Curcumina e atividade física</i>	15
2.2.5 <i>Aspectos toxicológicos</i>	15
2.3 Secagem de alimentos	16
2.3.1 <i>Secagem em leito de espuma</i>	17
2.3.2 <i>Secagem por atomização (spray drying)</i>	18
REFERÊNCIAS	20
3. OBJETIVOS	28
3.1 Objetivo geral	28
3.2 Objetivos específicos	28
4. METODOLOGIA GERAL	30
4.1 Local do experimento	30
4.2 Matéria-prima	30
4.2.1 <i>Cúrcuma</i>	30
4.2.2 <i>Soro de leite</i>	31

4.2.3 Extrato de cúrcuma	31
4.3 Desenvolvimento de um concentrado proteico de soro de leite adicionado de extrato de cúrcuma (CWPC) por meio de dois métodos de secagem: leito de espuma e spray drying.....	32
4.3.1 Estudo piloto.....	32
4.3.1.1 Desenvolvimento de CWPC por spray drying com duas diferentes dosagens de curcumina	32
4.3.1.2 Análise sensorial.....	33
4.3.1.3 Aspectos éticos	34
4.3.2 Desenvolvimento do CWPC por meio de dois métodos de secagem.....	34
4.3.2.1 Desenvolvimento de CWPC por spray drying (CWPC-SD).....	34
4.3.2.2 Desenvolvimento de CWPC por secagem em leito de espuma (CWPC-LE).....	35
4.4 Análise de vitaminas e compostos bioativos	35
4.4.1 Vitamina C (ácido ascórbico)	36
4.4.2 Carotenoides.....	37
4.4.3 Curcumina	38
4.4.4 Riboflavina	38
4.5 Determinação de compostos fenólicos totais	39
4.5.1 Obtenção dos extratos	39
4.5.2 Estimativa da concentração de fenólicos totais	39
4.6 Determinação da capacidade antioxidante.....	40
4.6.1 Teste do 1,1-diphenil-2-picril-hidrazil (DPPH*).....	40
4.7 Análises de composição centesimal.....	40
4.7.1 Determinação da umidade.....	40
4.7.2 Determinação de lipídios	41
4.7.3 Determinação de cinzas totais.....	42
4.7.4 Determinação de proteínas	42
4.7.5 Cálculo de carboidratos totais	44
4.8 Determinação dos elementos químicos.....	44
4.8.1 Preparo das amostras para análises	44
4.8.1.1 Descontaminação das vidrarias	44
4.8.1.2 Digestão nítrico-perclórica	44
4.8.1.3 Determinação dos elementos químicos	44
4.9 Aspectos tecnológicos dos CWPCs produzidos.....	45

<i>4.9.1 Distribuição do tamanho de partícula dos CWPCs, reidratados por difração a laser</i>	45
<i>4.9.2 Microscopia eletrônica de varredura</i>	46
<i>4.9.3 Análise colorimétrica</i>	46
<i>4.9.4 Isoterma de sorção</i>	46
<i>4.9.5 Espectroscopia Raman</i>	46
<i>4.9.6 Caracterização termodinâmica do processo de secagem (balanço de energia)...</i>	47
4.10 Análise estatística dos dados	47
REFERÊNCIAS	47
5. RESULTADOS	50
5.1 ARTIGO 1	50
5.2 ARTIGO 2	82
5.3 ARTIGO 3	111
6. CONCLUSÕES GERAIS	144
7. ANEXOS	145
8. APÊNDICE	153

LISTA DE FIGURAS

REVISÃO DE LITERATURA

Figura 1 – A) Planta da <i>Curcuma longa</i> L.; B) Rizoma da Cúrcuma.....	11
Figura 2 – Divisão da oleorresina de cúrcuma em fração volátil e fixa.....	13
Figura 3 - Estrutura química dos pigmentos curcuminóides.....	13

ARTIGO 1

Figura 1 – Fluxograma de produção das amostras.....	79
--	----

ARTIGO 2

Figura 1 – Fluxograma de produção das amostras.....	107
--	-----

Figura 2 – Microscopia eletrônica de varredura (x200): (A) Cúrcuma <i>in natura</i> (liofilizada); (B) extrato de cúrcuma (liofilizado); (C) Concentrado proteico de soro de leite; (D) Concentrado proteico de soro de leite adicionado de extrato de cúrcuma. Resultados da análise colorimétrica: (L* = Luminosidade, a* = Agitação vermelho / verde, b* = cor amarela / azul): (E) Concentrado proteico de soro de leite; (F) Concentrado proteico de soro de leite adicionado de extrato de cúrcuma.....	108
--	-----

Figura 3 - Isoterma de sorção a 25 °C do concentrado proteico de soro de leite (WPC) e do concentrado proteico de soro de leite adicionado de extrato de cúrcuma (CWPC) secos por meio da secagem <i>spray dryer</i>	109
---	-----

Figura 4 - Espectroscopia Raman: (A) Concentrado proteico de soro de leite; (B) extrato de cúrcuma; (C) concentrado proteico de soro de leite adicionado de extrato de cúrcuma.....	110
--	-----

ARTIGO 3

Figura 1 – Fluxograma de produção das amostras.....140

Figura 2 – Resultados da análise de tamanho de partícula e microscopia eletrônica de varredura (x500): (A) extrato de cúrcuma; (B) concentrado proteico de soro de leite (WPC); (C) concentrado proteico de soro de leite adicionado de extrato de cúrcuma-*spray drying*; (D) concentrado proteico de soro de leite adicionado de extrato de cúrcuma - secagem em leito de espuma.....141

Figura 3 - Espectroscopia Raman: (A) extrato de cúrcuma; (B) concentrado proteico de soro (controle); (C) concentrado proteico de soro de leite adicionado de extrato de cúrcuma-*spray drying*; (D) concentrado proteico de soro de leite adicionado de extrato de cúrcuma -secagem em leito de espuma.....142

LISTA DE TABELAS

ARTIGO 1

Tabela 1 – Ocorrência e concentração de vitamina C, carotenoides, riboflavina, curcumina, compostos fenólicos totais e capacidade antioxidante dos concentrados proteicos de soro de leite adicionados de extrato de cúrcuma secos por secagem *spray dryer* e leite de espuma, em base úmida.....80

Tabela 2 – Potencial de contribuição do CWPC-SD para o suprimento das recomendações diárias de nutrientes para mulheres e homens na faixa etária de 19 a 59 anos.....81

ARTIGO 2

Tabela 1 – Resultados da análise granulométrica do WPC e do CWPC secos por meio da secagem *spray dryer*.....110

ARTIGO 3

Tabela 1 – Características dos sistemas de secagem em leite de espuma e em *spray dryer*.....142

Tabela 2 – Resultado do balanço energético x atividade de água durante a produção do concentrado proteico de soro de leite adicionado de extrato de cúrcuma.....143

Tabela 3 – Concentração e percentual de perdas de compostos fenólicos totais, curcumina e capacidade antioxidante (em base úmida) nos concentrados proteicos de soro adicionados de extrato de cúrcuma (CWPC) por meio da secagem em leite de espuma e *spray dryer* comparados com o controle.....143

LISTA DE ABREVIações

μL – Microlitros

AA – Ácido Ascórbico

ANOVA – Análise de variância

ARR – Atividade de retirada de radical

a_w – Atividade de água

Cf – Fator de concentração

CLAE – Cromatografia líquida de alta eficiência

cm – Centímetro

CWPC - Concentrado proteico de soro de leite adicionado de cúrcuma

CWPC-LE – Concentrado proteico de soro de leite adicionado de cúrcuma obtido por leito de espuma

CWPC-SD - Concentrado proteico de soro de leite adicionado de cúrcuma obtido por *spray dryer*

D – Diâmetro

Da – Dalton

DAD – Detector de arranjo de diodos

DPPH – 1,1-difenil-2-picril-hidrazil

DRI – *Dietary Reference Intake*

EROs – Espécies reativas de oxigênio

ETDA – Ácido etilenodiamino tetra-acético

g – grama

GAE – Equivalentes de ácido gálico

h – Hora

HPLC - *High performance liquid chromatography*

IDA – Ingestão Diária Aceitável

kg – Quilo

LE – Leito de espuma

mg – Miligrama

NF-kB – Fator nuclear kappa B

nm – Nanômetro

pH – Potencial hidrogeniônico

rpm – Rotações por minuto

SD – *Spray Dryer*

WPC – Concentrado proteico de soro de leite

WPC-34 - Concentrado proteico de soro de leite com 34% de proteína

WPC-80 - Concentrado proteico de soro de leite com 80% de proteína

WPI – Proteína de soro de leite isolada

LISTA DE SÍMBOLOS

β – Beta

α - Alfa

® - Marca registrada

RESUMO

GOMES, Jaqueline Vieira Piovezana, M.Sc., Universidade Federal de Viçosa, fevereiro de 2019. **Concentrado proteico de soro de leite adicionado de extrato de cúrcuma desenvolvido por secagem em leito de espuma e *spray drying*: aspectos nutricionais e tecnológicos.** Orientadora: Ceres Mattos Della Lucia. Coorientadores: Ítalo Tuler Perrone, Mateus da Silva Junqueira, Eliana Carla Gomes de Souza e Helena Maria Pinheiro Sant'Ana.

Os concentrados proteicos de soro (WPC) vêm sendo utilizados por atletas, praticantes de atividades físicas e pessoas fisicamente ativas pelo seu alto valor biológico e velocidade de digestão e absorção. Esses produtos podem ser, ainda, adicionados de outros ingredientes, como a cúrcuma (*Curcuma longa* L.), por exemplo, visando a elevar suas características nutricionais, devido ao potencial antioxidante e nutricional desta especiaria. Portanto, o objetivo deste trabalho foi desenvolver um concentrado proteico de soro de leite (WPC) adicionado de extrato de cúrcuma (*Curcuma longa* L.) a partir de dois métodos de secagem: leito de espuma (CWPC-LE) e *spray drying* (CWPC-SD) e caracterizá-lo quanto ao seu potencial tecnológico e nutricional. Foi realizada a análise sensorial do CWPC-SD contendo duas diferentes concentrações de curcumina (3,6 mg e 7,2 mg), com e sem aroma artificial de abacaxi, por meio dos testes de preferência e de aceitação em dias não consecutivos. A amostra que obteve maior aceitação (3,6 mg de curcumina com aroma artificial de abacaxi) foi utilizada para dar sequência ao experimento, sendo desta forma desenvolvido o CWPC nos dois métodos de secagem (*spray drying* e leito de espuma). Em ambos os produtos, foram realizadas as seguintes análises: vitamina C, riboflavina e carotenoides por Cromatografia Líquida de Alta Eficiência; compostos fenólicos totais, utilizando-se o reagente Folin-Ciocalteu; capacidade antioxidante, pelo método do radical DPPH-1,1-difenil-2-picrilhidrazila; e curcumina, por espectrofotometria. As análises de composição centesimal (segundo a *Association of Official Analytical Chemists* - AOAC (2012)) e elementos químicos (por calorimetria, fotometria de chama, turbidimetria e espectrometria de emissão óptica em plasma indutivamente acoplado, dependendo do elemento) foram realizadas apenas no CWPC-SD por este ter apresentado menores perdas nutricionais. O CWPC-SD e o CWPC-LE foram analisados quanto as suas características tecnológicas. A análise da morfologia e da distribuição do tamanho de partículas foram realizadas por meio de microscopia eletrônica de varredura e por analisador de difração a laser acoplado ao módulo de análise líquida. A colorimetria foi avaliada conforme a escala CIELa*b*. Os espectros Raman foram obtidos por espectrômetro FT-Raman. O balanço

energético dos dois métodos de secagem foi realizado por meio da análise do tempo de secagem e das temperaturas de entrada e saída do ar. O delineamento experimental foi em blocos casualizados (DBC). A normalidade dos dados foi avaliada pelo teste de *Shapiro Wilk*. Para comparar a concentração de vitaminas e compostos bioativos nos dois CWPC desenvolvidos, os dados foram analisados por ANOVA, seguida pelo teste de *Dunnet* ($\alpha = 0,05$). Os dados foram analisados com auxílio do *software* estatístico SPSS, versão 20.0. A amostra contendo a menor concentração de curcumina, com aroma artificial de abacaxi, foi a mais preferida e mais bem aceita pelos voluntários. Não houve perdas de vitamina C nos produtos desenvolvidos ($p > 0,05$). Não foram detectados carotenoides e riboflavina nas amostras. O aumento da capacidade antioxidante total foi observado em ambos os produtos (CWPC-SD e CWPC-LE) ($p < 0,05$). Menores perdas de compostos fenólicos (57,14 %) e curcumina (24,13 %) foram observadas no CWPC-SD. O CWPC-SD apresentou composição centesimal característica de WPC, com 52,01 % de lactose, 33,8 % de proteínas, 3,63 % de lipídios e 7,93 % de cinzas. Os minerais potássio (266,5 mg/100 g), cálcio (310 mg/100 g) e fósforo (1025 mg/100 g) se destacaram no CWPC-SD e não foram encontrados metais pesados nessa amostras. A adição do extrato de cúrcuma não alterou a morfologia do WPC. A distribuição do tamanho das partículas no WPC e CWPC-SD indica que a adição de extrato de cúrcuma ao retentado não modificou a estrutura dos pós. De acordo com a análise colorimétrica, o CWPC apresentou direcionamento para a coloração amarela. As isotermas de sorção do WPC e do CWPC indicam que ambos absorvem a mesma magnitude de água quando expostos a diferentes umidades relativas do ar. A presença de curcumina no CWPC modificou o espectro Raman do WPC, sem perda do estado amorfo da lactose. De acordo com o balanço energético, a produção do CWPC-SD foi mais eficiente, apresentando menor atividade de água e menor tempo de secagem. Em conclusão, o CWPC-SD desenvolvido pode ser considerado fonte de potássio e cálcio, boa fonte de fósforo e excelente fonte de vitamina C. Em relação aos macronutrientes, é boa fonte de carboidratos, boa fonte de proteínas para homens e excelente fonte para mulheres. O CWPC-SD preservou as características morfológicas, estruturais e o estado amorfo da lactose, portanto, a curcumina foi encapsulada. Desta forma, dentre os métodos de secagem estudados, o que melhor preservou as características nutricionais e tecnológicas do CWPC desenvolvido foi o *spray drying*.

ABSTRACT

GOMES, Jaqueline Vieira Piovezana, M.Sc., Universidade Federal de Viçosa, February, 2019. **Whey protein concentrate added with turmeric extract developed by foam mat drying and spray drying: nutritional and technological aspects.** Advisor: Ceres Mattos Della Lucia. Co-advisors: Ítalo Tuler Perrone, Mateus da Silva Junqueira, Eliana Carla Gomes de Souza and Helena Maria Pinheiro Sant'Ana.

Whey protein concentrate (WPC) have been used by athletes, physical activity practitioners and physically active people because of its high biological value and speed of digestion and absorption. This product can also be mixed with other ingredients such as turmeric (*Curcuma longa* L.), for example, aiming to increase its nutritional characteristics, due to the antioxidant and nutritional potential of this spice. Therefore, the objective of this work was to develop a whey protein concentrate (WPC) added with turmeric extract (*Curcuma longa* L.) from two drying methods: foam mat drying (TWPC-SD) and spray drying (TWPC-FMD) and characterize it regarding to its technological and nutritional potential. Sensory analysis of TWPC-SD containing two different concentrations of curcumin (3.6 mg and 7.2 mg), with and without artificial pineapple aroma, was carried out using preference and acceptance tests on non-consecutive days. The most accepted sample (3.6 mg of curcumin with artificial pineapple aroma) was used to follow the experiment, and CWPC was developed in the two drying methods (foam mat drying and spray drying). In both products, the following analyzes were carried out: vitamin C, riboflavin and carotenoids by high performance liquid chromatography, total phenolic compounds, using Folin-Ciocalteu reagent; antioxidant capacity, by DPPH - 1.1-diphenyl-2-picrylhydrazyl radical method; and curcumin, by spectrophotometry. Chemical composition (according to the Association of Official Analytical Chemists – AOAC (2012)) and chemical elements (by calorimetry, flame photometry, turbidimetry and optical emission spectrometry, depending on the element) were carried out only in the TWPC-SD because it showed lower nutritional losses. TWPC-FMD and TWPC-SD were analyzed for their technological characteristics. The analyses of the morphology and particle size distribution of the developed products were performed by scanning electron microscopy and by laser diffraction analyzer coupled to the liquid analysis module. Colorimetry was evaluated according to CIELa*b* scale. Raman spectra were obtained by FT-Raman spectrometer, and the energy balance of the two drying methods was performed by analysis of drying time and air inlet and outlet temperatures. Experimental design was in randomized blocks. The normality of the data was evaluated by Shapiro Wilk test. In order

to compare the concentration of vitamins and bioactive compounds in the TWPCs developed, data were analyzed by ANOVA, followed by Dunnett's test ($\alpha = 0.05$). Data were analyzed using statistical software SPSS, version 20.0. The sample containing the lowest concentration of curcumin, with artificial pineapple aroma, was the most preferred and most accepted by the volunteers. There were no losses of vitamin C in the developed products ($p > 0.05$). No carotenoids and riboflavin were detected in the samples. The increase in total antioxidant capacity was observed in both products (TWPC-SD and TWPC-FMD) ($p < 0.05$). Lower losses of phenolic compounds (57.14 %) and curcumin (24.13 %) were observed in TWPC-SD. The TWPC-SD showed a characteristic WPC centesimal composition, with 52.01 % lactose, 33.8 % protein, 3.63% lipids and 7.93 % ashes. Potassium (266.5 mg/100 g), calcium (310 mg/100 g) and phosphorus (1025 mg/100 g) were prominent in TWPC-SD and no heavy metals were found in this sample. The addition of turmeric extract did not alter the WPC morphology. The distribution of particle size in WPC and TWPC-SD indicates that addition of turmeric extract to the retentate did not modify the structure of the powders. According to the colorimetric analysis, the TWPC showed a yellow color orientation. The sorption isotherms of WPC and TWPC indicate that they both absorb the same magnitude of water when exposed to different relative air humidity. The presence of curcumin in TWPC modified the Raman spectrum of WPC, without loss of the lactose amorphous state. According to the energy balance, the TWPC-SD production was more efficient, presenting lower water activity and shorter drying time. In conclusion, TWPC-SD can be considered a source of potassium and calcium, a good source of phosphorus and an excellent source of vitamin C. In relation to macronutrients, it is a good source of carbohydrates, a good source of protein for men and an excellent source for women. TWPC-SD showed to preserve the morphological, structural and amorphous lactose characteristics, therefore curcumin was encapsulated. Thus, between the drying methods studied, spray drying was the one that best preserved the nutritional and technological characteristics of TWPC.

1. INTRODUÇÃO GERAL

Nas últimas décadas, pesquisas têm demonstrado a qualidade nutricional das proteínas solúveis do soro do leite, derivadas da fabricação de queijos, as quais têm sido utilizadas na indústria de alimentos para a produção de uma vasta gama de produtos com valor agregado, voltados tanto para a nutrição clínica, quanto para a nutrição esportiva. Como exemplo, destacam-se os concentrados proteicos de soro de leite (WPC), também conhecidos como *whey protein* (MARSHALL, 2004; FOOD INGREDIENTS BRASIL, 2017).

O WPC vem sendo utilizado por atletas, praticantes de atividades físicas e pessoas fisicamente ativas. Evidências sustentam a teoria de que as proteínas do leite, incluindo as proteínas do soro, além de seu alto valor biológico, possuem peptídeos bioativos que atuam como agentes antimicrobianos, anti-hipertensivos, reguladores da função imune, assim como fatores de crescimento (FOOD INGREDIENTS BRASIL, 2017).

O exercício físico induz a inflamação, aumenta as espécies reativas de oxigênio (EROs) e prejudica os sistemas de defesa antioxidante no músculo esquelético e no sangue de acordo com sua intensidade e duração (DAVIS et al., 2007; BANERJEE et al., 2013). O exercício agudo exaustivo também está relacionado com a ocorrência de dano muscular, dor muscular de início tardio, lesão hepática (HUANG et al., 2013) e renal (WU et al., 2012; LIN et al., 2013), além de suprimir transitoriamente a função imunológica e aumentar o risco de infecção oportunista (SHAW et al., 2017). O aumento da ingestão de antioxidantes na dieta é uma das formas de se evitar tais danos (CLARKSON; THOMPSON, 2000; PETERNELJ; COOMBES, 2011).

A cúrcuma é uma planta originária do sudeste da Ásia, mais precisamente das florestas tropicais da Índia, e está distribuída em regiões tropicais e subtropicais por todo o mundo. Vários estudos relatam as propriedades terapêuticas de seus rizomas, com efeitos antimicrobiano, antifúngico, inseticida, antiinflamatório e propriedades antioxidantes (KHATTAK et al., 2005; SINGH et al., 2010; KITA et al., 2016). Seu rizoma tem sido muito utilizado na indústria alimentícia como corante, aromatizante e como ingrediente no preparo de temperos, laticínios e pratos prontos (CHEISON; KULOZIK, 2017; TEBA et al., 2017; BACENETTI et al., 2018).

O WPC é um produto que possui propriedades nutricionais e funcionais quando utilizado como ingrediente em alimentos. Há o interesse no uso destas proteínas como biopolímeros para aumentar a vida de prateleira de moléculas sensíveis e direcionar a

liberação de substâncias bioativas/nutricionais para o organismo principalmente devido a sua alta solubilidade, absorção de água, gelatinização e capacidade emulsificante sob condições de aquecimento relativamente moderadas e sem a necessidade de produtos químicos, sendo um tipo de veículo natural para componentes bioativos (hidrofóbicos e hidrofílicos) (ALVES et al., 2014; TEBA et al., 2017; BACENETTI et al., 2018).

Como a curcumina (principal componente fitoquímico da cúrcuma) é sensível às condições alcalinas, tratamento térmico, luz, íons metálicos, enzimas, oxigênio e ácido ascórbico, o seu encapsulamento vem sendo realizado com a finalidade de melhorar a solubilidade, estabilidade e biodisponibilidade, de forma a exibir a sua ação biológica (DAR et al., 2017; MOHAJERI et al., 2017). Entretanto, não foram encontrados estudos que desenvolveram e avaliaram o potencial tecnológico e nutricional de um WPC acrescido deste composto.

A secagem de alimentos ou desidratação é um método no qual há a aplicação de calor sob condições controladas para remover, por evaporação, a maior parte da água normalmente presente em um alimento (GIROTO; PAWLOWSKY, 2001; CHONG; LAW, 2011). Dentre os métodos de secagem, destaca-se a secagem leito de espuma e *spray drying*.

A secagem por *spray drying*, conhecida também como pulverização ou atomização, é um processo de transformação de um fluido em um produto seco em uma única operação com pouco efeito sobre a qualidade, sendo apresentado como um método comum para o encapsulamento na indústria de alimentos (RÉ, 1998; BEGUM; DEKA, 2017). Em contrapartida, na secagem em leito de espuma, conhecida também como *foam-mat drying*, alimentos líquidos são transformados em pó utilizando agentes emulsificantes, com vantagens de ser um método simples, com menor custo operacional, além de possibilitar o uso de temperaturas mais baixas durante a secagem (BERISTAIN et al., 1991; FRANCIS, 2000).

Diante do exposto, o presente estudo teve como objetivo desenvolver e investigar o potencial tecnológico e nutricional de um concentrado proteico de soro de leite adicionado de extrato de cúrcuma por meio de dois métodos de secagem.

REFERÊNCIAS

ALVES, M. P.; MOREIRA, R. O.; JÚNIOR, P. H. R.; MARTINS, M.C.F.; PERRONE, I. T., & CARVALHO, A.F. Soro de leite: tecnologias para o processamento de coprodutos. **Revista do Instituto de Laticínios Cândido Tostes**, v. 69, n.3, p. 212-226, 2014.

BACENETTI, J.; BAVA, L.; SCHIEVANO, A.; ZUCALI, M. Whey protein concentrate (WPC) production: Environmental impact assessment. **Journal of Food Engineering**, v.224, 139-147, 2018.

BANERJEE, A. K.; MANDAL, A.; CHANDA, D.; CHAKRABORTI, S. Oxidant, antioxidant and physical exercise. **Molecular and Cellular Biochemistry**, v. 253, n. 1-2, p. 307-312, 2003.

BEGUM, Y.A.; DEKA, S.C. Stability of Spray Dried Microencapsulated Anthocyanins Extracted from Culinary Banana Bract. **International Journal of Food Properties**, v. 20, n. 2, p. 3135-3148.

BERISTAIN, C.I. et al. Obtención de jugo de piña en polvo por el método desecado por espumas. **Archivos Latinoamericanos de Nutrición**, v.41, n.2, p.238-245, 1991.

CHEISON, S. C.; KULOZIK, U. Impact of the environmental conditions and substrate pre-treatment on whey protein hydrolysis: A review. **Critical Reviews in Food Science and Nutrition**, v.57, p.418-453, 2017.

CHONG, C. H.; LAW, C. L. Drying of Exotic Fruits. **In: Vegetables and Fruits – v.2**, Ed. JANGAM, S.V., LAW, C.L. AND MUJUMDAR, A.S., Singapore, p. 1- 42, 2011.

CLARKSON, P.M.; THOMPSON, H.S. Antioxidants: what role do they play in physical activity and health? **The American Journal of Clinical Nutrition**, v. 72, n.2, p. 637-46, 2000.

DAR, O. A.; MALIK, M. A.; SHAHID-UL-ISLAM; GULL, P.; HASHMI, A. A. Curcumin and Its Derivatives-Isolation, Synthesis, and Applications. **Plant-Based Natural Products: Derivatives and Applications**, p.145-174, 2017.

DAVIS, J. M.; MURPHY, E.A.; CARMICHAEL, M.D.; ZIELINSKI, M.R.; GROSCHWITZ, C.M.; BROWN, A.S.; GANGEMI J.D.; GHAFFAR, A.; MAYER, E.P. Curcumin effects on inflammation and performance recovery following eccentric exercise-induced muscle damage. **American Journal of Physiology-Regulatory, Integrative and Comparative Physiology**, v. 292, n. 6, p. R2168-R2173, 2007.

FOOD INGREDIENTS BRASIL. Proteínas do soro do leite. Nº 41, 2017. Disponível em:<http://revistafi.com.br/upload_arquivos/201707/2017070501642001500897382.pdf>. Acesso em: 15 dez. 2018.

FRANCIS, F. J. **Encyclopedia of Food Science and Technology**. 2 Ed. New York: John Wiley & Sons, v.1, 2000. 2907p.

GIROTO, J. M.; PAWLOWSKY, U. O soro de leite e as alternativas para o seu beneficiamento. **Brasil Alimentos**, v.2, n.5, p. 43-46, 2001.

HUANG, K. C.; YANG, F.L.; CHIU, Y.H.; PENG, T.C.; HSU, B.G.; LIAO, K.W.; LEE, R.P. Effects of freshwater clam extract supplementation on time to exhaustion, muscle damage, pro/anti-inflammatory cytokines, and liver injury in rats after exhaustive exercise. **Molecules**, v. 18, n. 4, p. 3825-3838, 2013.

KHATTAK, S. et al. Biological effects of indigenous medicinal plants *Curcuma longa* and *Alpinia galanga*. **Fitoterapia**, v.76, p. 254-257, 2005.

KITA, T. et al. Development of intron length polymorphism markers in genes encoding diketide-CoA synthase and curcumin synthase for discriminating. **Food Chemistry**, v.194, p. 1329-1336, 2016.

LIN, X.; JIANG, C.; LUO, Z.; QU, S. Protective effect of Erythropoietin on renal injury induced in rats by four weeks of exhaustive exercise. **BMC Nephrology**, v. 14, n.130, p. 1-8, 2013.

MARSHALL, K. Therapeutic applications of whey protein. **Alternative Medicine Review**, v. 9, n. 2, p. 136-156, 2004.

MOHAJERI, M.; BEHNAM, B.; CICERO, A. F.; SAHEBKAR, A. Protective effects of curcumin against aflatoxicosis: A comprehensive review. **Journal of Cellular Physiology**, v.233, p.3552-3577, 2017.

PETERNELJ, T.T.; COOMBES, J.S. Antioxidant supplementation during exercise training. **Sports Medicine**, v. 41, n. 12, p. 1043-1069, 2011.

RÉ, M.I. Microencapsulation by spray drying. **Drying Technology**, v. 16, p.1195-1236, 1998.

SHAW, D. M.; MERIEN, F.; BRAAKHUIS, A.; DULSON, D. T-cells and their cytokine production: the anti-inflammatory and immunosuppressive effects of strenuous exercise. **Cytokine**, v.104, p.136-142, 2018.

SINGH, G. et al. Comparative study of chemical composition and antioxidant activity of fresh and dry rhizomes of turmeric (*Curcuma longa* Linn.). **Food and Chemical Toxicology**, v.48, p.1026-1031, 2010.

TEBA, C. D.; SILVA, E. M.; CHÁVEZ, D.W.; CARVALHO, C. W.; ASCHERI, J. L. Effects of whey protein concentrate, feed moisture and temperature on the physicochemical characteristics of a rice-based extruded flour. **Food Chemistry**, v.228, p.287-296, 2017.

WU, G. L.; CHEN, Y. S.; HUANG, X. D.; ZHANG, L. X. Exhaustive swimming exercise related kidney injury in rats—Protective effects of acetylbritannilactone. **International Journal of Sports Medicine**, v. 33, n. 01, p. 1-7, 2012.

2. REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Soro de Leite

2.1.1 Composição

A composição do soro de leite varia de maneira substancial, dependendo da variedade do queijo produzido, dos processos tecnológicos empregados e do tipo de leite utilizado na produção de queijo ou de caseína. A maior parte da água contida no leite faz parte do soro, onde também se encontram compostos como lactose, proteínas solúveis, sais minerais e gordura.

O soro de leite é constituído basicamente de água (93-94%); lactose (4,5-5,0%); proteínas (0,8-1,0%); gorduras (0,3-0,5%); sais minerais (0,6-1,0%) como cálcio (Ca), sódio (Na), magnésio (Mg), potássio (K) e fósforo (P) e outros em quantidades reduzidas, por exemplo, flúor (F), iodo (I), cobre (Cu), zinco (Zn) e ferro (Fe); maioria das vitaminas presentes no leite (e solúveis em água), como a vitamina B₁₂, a vitamina B₆, ácido pantotênico, riboflavina, tiamina, vitamina C e retinol, além de ácido láctico, ácido cítrico e compostos nitrogenados não-proteicos (ureia e ácido úrico) (CARVALHO, 2013).

Dentre todos estes componentes, a lactose e proteínas são os mais importantes para a indústria de alimentos. A lactose é um tipo de carboidrato de baixo poder adoçante, muito utilizada na indústria alimentícia e como material energético para vários processos biotecnológicos, principalmente na indústria farmacêutica. A porção proteica contém β -lactoglobulina (55-65%), α -lactalbumina (15-25%), proteose-peptona (10-20%), imunoglobulinas (10-15%), albumina do soro bovino (5-6%), caseínas solúveis (1-2%), e proteínas em menores quantidades (< 0,5%) como lactoferrina, lactolina, glicoproteína, transferrina de sangue e enzimas (SILVA et al., 2004).

A β -lactoglobulina possibilita a inclusão de compostos lipofílicos desejáveis como tocoferol e vitamina A em produtos com baixo teor de gordura, porque possui vários pontos de ligação para minerais, vitaminas lipossolúveis e lipídios. Já a α -lactalbumina pode ser usada em fórmulas infantis devido a sua estrutura e composição serem semelhantes à da proteína do leite humano. A α -lactalbumina, a β -lactoglobulina, a albumina e as imunoglobulinas podem ser utilizadas em formulações para dietas de controle de peso e em bebidas lácteas à base de frutas para praticantes de atividade física (PINTO, 2010).

A composição média de aminoácidos é de 4,9 mg de alanina, 2,4 mg de arginina, 3,8 mg de asparagina, 10,7 mg de ácido aspártico, 1,7 mg de cisteína, 3,4 mg de glutamina, 15,4 mg de ácido glutâmico, 1,7 mg de glicina, 1,7 mg de histidina, 4,7 mg de isoleucina, 11,8 mg de leucina, 9,5 mg de lisina, 3,1 mg de metionina, 3,0 mg de fenilalanina, 4,2 mg de prolina, 3,9 mg de serina, 4,6 mg de treonina, 1,3 mg de triptofano, 3,4 mg de tirosina e 4,7 mg de valina por grama de proteína. Os aminoácidos de cadeia ramificada perfazem 21,2% e todos os aminoácidos essenciais constituem 42,7%. Esses valores estão acima da média quando comparados àqueles de outras fontes proteicas, conferindo às proteínas do soro importantes propriedades nutricionais (FOOD INGREDIENTS BRASIL, 2017).

A composição do soro de leite pode mudar, de acordo com o tipo de queijo produzido, variedade do leite (bovino, caprino ou ovino), período do ano, alimentação dos animais, estágio de lactação, qualidade do processamento industrial do leite para a obtenção de queijos e, por fim, do tipo de soro obtido (CORTEZ, 2013).

Existem dois tipos de soro, o soro doce, que é proveniente da coagulação enzimática do leite, em pH 6,2-6,4 por meio da adição de enzimas (microbiana, vegetal ou animal), como por exemplo, a renina (produto dos queijos Minas frescal, Cheddar e Emmental, por exemplo), que é a mais utilizada. O outro tipo de soro é o ácido, que é obtido da produção do queijo fresco (Petit Suisse, Ricota, Cottage), após coagulação ácida do leite por meio da adição de ácidos (ácido láctico, acético ou cítrico) ou fermento lácteo, seguido pelo aquecimento da coalhada (SILVA et al., 2004; CORTEZ, 2013). O primeiro apresenta maior quantidade de peptídeos e aminoácidos livres, e é mais rico em lactose; já o segundo possui mais cálcio e fósforo, devido à solubilização do complexo cálcio-fósforo das micelas de caseína em pH ácido (PINTO, 2010). A determinação do pH do soro de leite é de suma importância para definir qual tipo de soro busca-se utilizar, o doce ou o ácido.

2.1.2 Propriedades fisiológicas, nutricionais e funcionais

As principais funções biológicas das proteínas do soro do leite bovino são estudadas em diferentes modelos experimentais (animais, humanos e *in vitro*) e incluem: reparação celular, construção e reparação de músculos e ossos, geração de energia, essencial para quem pratica atividades físicas, além de outros benefícios que estão ligados a processos metabólicos do corpo, como atividade imunoestimulante, atividade antioxidante, tratamento de doenças gastrointestinais e modulação do epitélio intestinal,

além de atividade antimicrobiana e antiviral (TSENG et al., 2010; CHALÉ et al., 2013; KERASIOTI et al., 2014; TAHAVORGAR et al., 2014; NGUYEN et al., 2016).

As proteínas do leite constituem ingredientes dos mais valorizados pelas suas excelentes propriedades nutritivas, tecnológicas e funcionais. Estas propriedades derivam da composição dos aminoácidos que atendem à maioria das exigências fisiológicas do ser humano (HUFFMAN, 1996; SGARBIERI, 2005).

Sob o ponto de vista nutricional, as proteínas do soro de leite são consideradas levemente superior comparado à caseína, visto que aquele possui alto conteúdo de aminoácidos essenciais, especialmente lisina, treonina, triptofano, fenilalanina e tirosina e a presença da proteína superior lactalbumina. Em contrapartida, a caseína possui quantidade limitada dos aminoácidos sulfurados (metionina e cistina) (LIU et al., 2000; PELUZIO; BATISTA, 2008).

A qualidade nutricional de uma proteína depende do padrão e concentração de aminoácidos essenciais (PELUZIO; BATISTA, 2008). As proteínas do soro são utilizadas em diversos produtos alimentícios, como leite desproteínizado, queijos, ricota, doce de leite, bebidas lácteas, entre outros, pelo seu alto valor nutricional e por conferir excelentes propriedades funcionais, nutricionais e aromáticas a esses produtos (VIOTTO; MACHADO, 2007; SILVA et al., 2010).

Na fabricação do queijo, em torno de 85 a 95% do volume do leite utilizado resulta em soro de leite, originado após a separação da coagulação das micelas de caseínas, de cor amarelo-esverdeada, com sabor ligeiramente ácido ou doce (SMITHERS, 2008; PAGNO et al., 2009; BALD et al., 2014).

2.1.3 Aplicações do soro de leite na indústria

O soro de leite foi descoberto há cerca de 3 mil anos, quando estômagos de bezerros foram utilizados para armazenar e transportar leite, tendo como resultado a transformação do leite em coalho por meio da ação natural da enzima quimosina presente nestes órgãos (SMITHERS, 2008). Este produto é comumente utilizado na alimentação animal, evaporação e secagem, desmineralização, extração e refino de lactose, bem como ultrafiltração (CARDI, 2007; SILVA et al., 2010). Sendo assim, a identificação de alternativas para o aproveitamento adequado do soro de leite é de fundamental importância em função de sua qualidade nutricional, do volume produzido e de seu poder poluente (GIROTO e PAWLOWSKY, 2001).

Os requerimentos para diminuir a poluição ambiental e a necessidade do uso de nutrientes disponíveis para a alimentação da população humana têm feito da utilização do soro de leite uma necessidade inexorável (SANTOS; FONSECA, 2001; BIEGER; RINALDI, 2009).

Ao longo dos anos, este produto tem sido cada vez mais utilizado na indústria de alimentos para a fabricação de ricota, bebida láctea, produção de soro em pó, separação das proteínas e lactose, com posterior secagem e a produção de concentrado proteico de soro de leite (WPC). Estas, por sua vez, constituem formas de valorização deste derivado lácteo. Tal valorização e reutilização do soro de leite contribuem com a preservação do meio ambiente e agregam valor aos produtos obtidos, proporcionando maior eficiência econômica nas empresas (GIROTO; PAWLOWSKY, 2001).

Como as proteínas do soro de leite representam apenas 10% dos sólidos totais do soro, vários processos (por exemplo, DI-diafiltração, permuta iônica e ultracentrifugação) foram desenvolvidos para recuperar proteínas de soro de leite em uma forma mais concentrada. Os diferentes produtos de soro de leite são categorizados com base na sua concentração de proteína, como concentrado de proteína de soro de leite (WPC) contendo de 30 a 85% de proteína; e proteína de soro de leite isolada (WPI) contendo > 90% de proteína (FOEGEDING et al., 2011).

2.1.4 Processo de separação por membranas

Os processos de separação por membranas utilizam como barreira seletiva membranas sintéticas e, por meio deste processo, é possível separar, concentrar e purificar substâncias (HABERT, 2006). Consistem em operações que utilizam membranas no fracionamento de misturas, soluções e suspensões abrangendo espécies de tamanho e natureza química diferentes e são amplamente utilizadas na indústria de alimentos em aplicações que envolvem desde tratamento de efluentes, até a concentração, purificação e fracionamento de componentes de uma solução (BALDASSO, 2008).

Algumas outras aplicações na indústria de alimentos podem ser citadas: concentração de leite, concentração das proteínas do soro, clarificação e concentração de sucos de frutas, recuperação de efluentes gerados no processamento de alimentos, desmineralização de água para caldeiras, entre outros (HABERT, 2006; AZEVEDO, 2015).

Dentre as indústrias alimentícias, a indústria de laticínios apresentou maior introdução das tecnologias de membrana, tais como microfiltração, ultrafiltração, nanofiltração e osmose reversa (CARVALHO; MAUBOIS, 2010). O processamento de soro de leite representa um dos primeiros campos de aplicação desta tecnologia na indústria de lácteos (BALDASSO, 2008). O mecanismo de separação ocorre devido à influência de alguns parâmetros, como: composição da membrana, configuração do equipamento, superfície da membrana, classificação da membrana, temperatura, pressão e condição de escoamento do fluido (HABERT, 2006).

A ultrafiltração (UF) é utilizada para a retenção de macromoléculas e colóides presentes em uma solução. As membranas utilizadas apresentam poros de diâmetro na faixa entre 0,01 e 0,1 μm . Como os poros das membranas de ultrafiltração são menores, é necessária maior força motriz para obtenção de fluxos permeados elevados. Por isso, as diferenças de pressão através da membrana variam na faixa de 2 a 10 bar (HABERT, 2006). As membranas comerciais de UF são especificadas por meio da sua massa molar de corte, que é definida como a massa molar para a qual a membrana apresenta retenção igual ou maior a 90%, cuja unidade mais utilizada é o Dalton (Da).

Durante a UF, a fração proteica do leite é retida pelas membranas, sendo esta fração conhecida como retentado ou concentrado. Nesse processo, a lactose permeia pelas membranas, constituindo a fração conhecida como permeado (YEE; WILEY; BAO, 2007; CATARINO et al., 2013). O retentado é utilizado, na indústria de laticínios, para concentração de proteínas do soro de leite, para obtenção de WPC e WPI e de algumas frações concentradas, como β -lactoglobulina e α -lactoalbumina (POULIOT, 2008).

2.1.5 Concentrado proteico de soro de leite e atividade física

O WPC vem sendo estudado e inserido na alimentação de atletas e fisiculturistas por conter grandes quantidades de aminoácidos de cadeia ramificada que intensificam a hipertrofia. Tais aminoácidos atuam como fonte de energia muscular durante o estresse metabólico e estimulam, portanto, a síntese proteica, reduzindo o catabolismo proteico muscular e prevenindo o estresse metabólico dos órgãos (HARAGUCHI et al., 2006; FOOD INGREDIENTS BRASIL, 2017).

O primeiro trabalho que relacionou os efeitos das proteínas do soro com o desempenho físico foi desenvolvido por Lands et al. (1999). Esses autores compararam o efeito de um suplemento à base de proteínas concentradas do soro (WPC) e da caseína

(placebo) sobre o desempenho físico de adultos jovens. Após 12 semanas de tratamento com a administração de 20 g/dia de WPC, foi constatado que o grupo suplementado com WPC apresentou aumento de 35,5% na concentração de glutathione, um antioxidante dependente da concentração intracelular do aminoácido cisteína para ser sintetizado. Neste estudo, comprovou-se que a suplementação com WPC permitiu aos voluntários o aumento da potência e da quantidade de trabalho em testes de velocidade. De acordo com os pesquisadores, esse efeito pode ser associado à alta concentração de cisteína das proteínas do soro do leite, o que resultou no aumento da concentração de glutathione e subsequente redução da disfunção muscular causada pelos agentes oxidantes.

O músculo esquelético é suscetível à lesão pelas espécies reativas de oxigênio (EROs), mesmo em condições fisiológicas, como o exercício (NIKOLAIDIS et al., 2008). Estudos demonstram que o músculo esquelético, submetido a uma carga isolada de trabalho exaustivo, produz aumento da peroxidação lipídica e estimula a atividade de diversas enzimas antioxidantes, como a glutathione peroxidase, a superóxido dismutase e a catalase. O exercício exaustivo pode impor um estresse oxidativo grave no músculo esquelético, sendo o sistema das enzimas antioxidantes importante para lidar com a lesão muscular mediada pelas EROs (UCHIYAMA et al., 2006; NIKOLAIDIS, 2008).

Outra característica benéfica do WPC no metabolismo das proteínas é a velocidade da sua digestão, estando relacionada ao fato de as proteínas do soro não se coagularem no pH ácido do estômago. Com isso, são digeridas mais rapidamente quando comparadas às caseínas, que se coagulam no pH do estômago, retardando sua digestão. Dessa forma, por promoverem rápida absorção e aumento nas concentrações plasmáticas de aminoácidos, os WPCs estimulam maior síntese proteica pós-prandial, sendo vantajosa sua ingestão após o exercício físico (BOIRIE, 1997).

Embora os resultados das pesquisas apontem os benefícios do soro de leite, são necessários mais estudos que possam reforçar os seus benefícios em longo prazo.

2.2 Cúrcuma

2.2.1 Botânica da cúrcuma (*Curcuma Longa* L.)

A *Curcuma longa* L., da família *Zingiberaceae*, conhecida como açafrão-da-terra, cúrcuma, turmérico, açafrão-da-índia, açafrão e gengibre amarelo, é uma planta originária da Índia e cultivada em todo o mundo tropical para uso medicinal e condimentar. No

mercado internacional é considerada uma preciosa especiaria por compor os famosos temperos orientais (DUARTE et al., 1989).

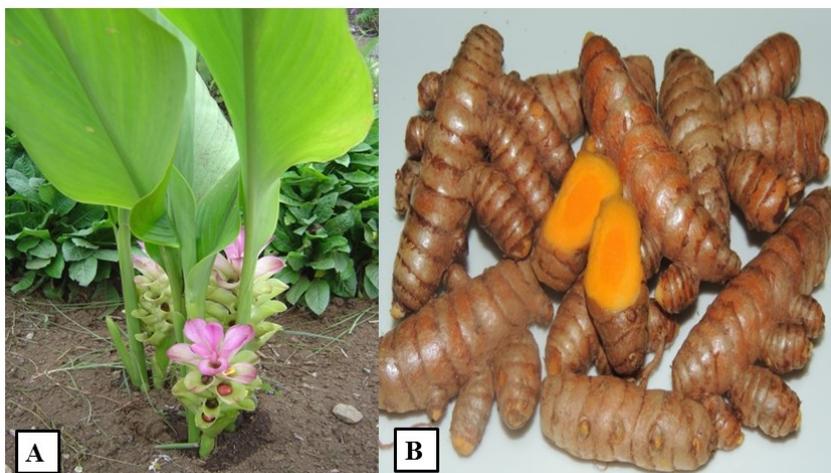


Figura 1. A) Planta da *Curcuma longa* L.; B) Rizoma da Cúrcuma.

Fonte: A) Altevir Zardinello; B) arquivo pessoal.

A planta apresenta folhas grandes de coloração verde, oblongo-lanceoladas e oblíquo nervadas, que exalam um odor agradável quando contusas. Em condições de clima e solo favoráveis, a parte aérea da planta atinge, em média, 120 a 150 cm de altura (Figura 1). Possui pecíolos tão compridos quanto os limbos que, reunidos em sua base, formam o pseudocaule. O rizoma principal ou central é piriforme, arredondado ou ovoide, com ramificações secundárias laterais, compridas e tuberizadas (Figura 1) (BERNI et al., 2014). O cultivo do açafrão no Brasil é mais expressivo na região Centro-Oeste, no município de Mara Rosa-Goiás (PINHEIRO et al., 2003).

Segundo Govindarajan (1980) a cúrcuma é facilmente reconhecida pela inflorescência em espiga formada por brácteas amarelo claras dispostas em espiral que compõem os cachos. A floração ocorre geralmente 180 dias após o plantio. Produz rizomas pungentes que, quando processados, denominam-se popularmente de açafrão, uma especiaria popular utilizada na elaboração de curries, com aromas e coloração típicos. De cultivo fácil, a cúrcuma é uma cultura que não exige muitos tratos, desenvolvendo-se bem em temperaturas que variam de 20 a 30 °C, em condições tropicais e amplas altitudes (GOVINDARAJAN, 1980).

2.2.2 Composição da cúrcuma

A composição química dos rizomas de cúrcuma é influenciada por fatores como planta matriz, tipo de solo, clima, adubação, disponibilidade hídrica, época de colheita (primeiro ou segundo ciclo), tempo de armazenamento, dentre outros (OLIVEIRA et al., 1992; SCARTEZZINI & SPERONI, 2000).

De acordo com a literatura, a cúrcuma cultivada no Brasil possui alta umidade (74-82 g/100g), presença de amido (35,3 - 39,9 g/100g) e, em menor concentração, proteínas (7,01-11,68 g/100g), lipídios (7,20-8,51 g/100g), cinzas (6,44-7,81 g/100g) e fibras (5,5-7,22 g/100g) em base seca do rizoma. Tem-se ainda a oleorresina, que são os pigmentos curcuminoides (4,41 mg/100g) e os óleos essenciais (3,07 mg/100g), relativos aos valores encontrados em base seca do rizoma (SOUZA; GLÓRIA 1998; CECÍLIO-FILHO et al., 2000).

A oleorresina é um produto altamente viscoso, de cor marrom-alaranjada. Apresenta aroma característico da cúrcuma *in natura*, pungente e de sabor amargo. A função predominante é colorir. É largamente utilizada em pickles, maionese, mostarda, revestimento de filé de peixe congelado, produtos cárneos, massas alimentícias, sucos, gelatinas, queijos e manteiga (RUSIG; MARTINS, 1992).

Dois frações principais compõem a oleorresina de cúrcuma (Figura 2): uma é a fração fixa, que contém os pigmentos responsáveis pela cor amarela (curcuminoides, teor de 30 a 55 %); outra é a fração volátil composta pelo óleo essencial (sesquiterpenos, teor de 15 e 25 %), o restante é material graxo e/ou resinoso (PEREIRA; STRINGHETA, 1998).

Em relação aos pigmentos curcuminoides, o rizoma da cúrcuma pode apresentar de 4 a 8 mg/100 g. Foi observado que o maior tempo do rizoma no solo aumenta o teor dos pigmentos curcuminoides (GOVINDARAJAN, 1980). Os três pigmentos curcuminoides encontrados na cúrcuma são análogos estruturalmente, e pertencem à classe diferoluilmetano ($C_{21}H_{20}O_6$). São eles: curcumina, 1,7-bis-(hidroxi-3-metoxifenil)-1,6-heptadieno-3,5-diona, a qual possui dois grupos metoxila (OCH_3); a desmetoxicurcumina, que possui apenas um, e a bisdesmetoxicurcumina, que não possui nenhum (Figura 3). Estes pigmentos estão presentes em concentrações que variam de 4 a 6 mg/100 g para curcumina; de 4 a 3 mg/100 g para desmetoxicurcumina, e de 3 a 2 mg/100 g para a bisdesmetoxicurcumina (RUSIG; MARTINS, 1992).

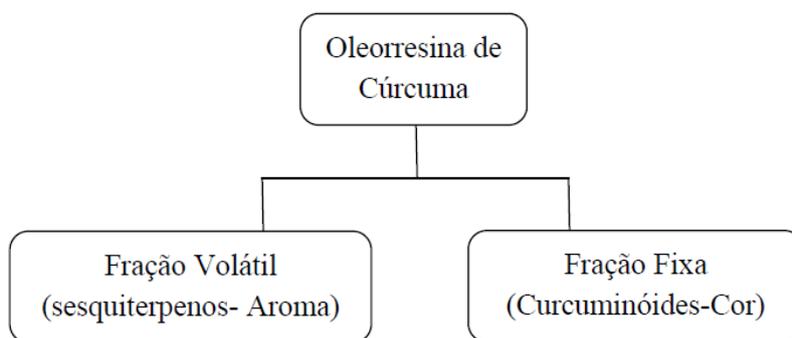


Figura 2. Divisão da oleorresina de cúrcuma em fração volátil e fixa.

A curcumina, desmetoxicurcumina e bisdesmetoxicurcumina (Figura 3) apresentam absorções máximas no espectro do ultravioleta, nos comprimentos de onda de 429, 424, 419 nm e 524nm. O espectro de fluorescência apresenta excitação a 434 nm e emissão a 524 nm (SOUZA, 1993; LARA, 1984; PÉRET-ALMEIDA et al., 2005).

A curcumina (diferuloilmetano) é o principal componente fenólico do açafrão ou cúrcuma. É constituída por duas moléculas de ácido ferúlico ligadas por uma ponte de metileno formando um β -dicetona (PEREIRA; STRINGHETA, 1998).

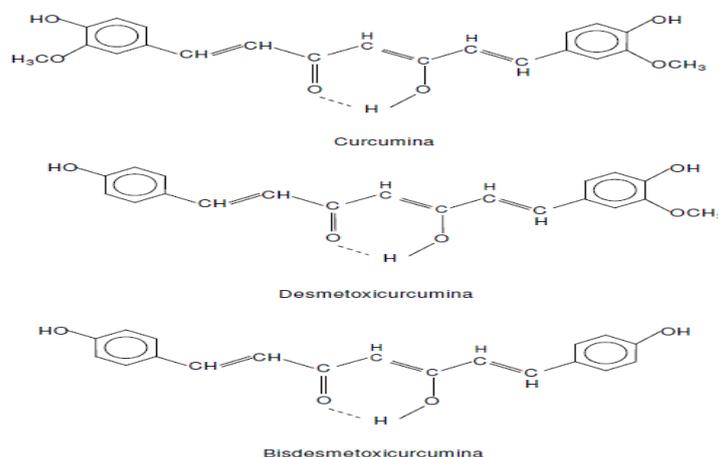


Figura 3. Estrutura química dos pigmentos curcuminóides.

A curcumina é insolúvel em água, pouco solúvel em éter, e altamente solúvel em álcoois metílicos e etílicos (SHEHZAD et al., 2017; ORSOLIN; NEPOMUCENO, 2009). Apresenta alta estabilidade em diferentes valores de pH, principalmente em pH ácido do estômago (ALONSO, 2016).

2.2.3 Propriedades fisiológicas, nutricionais e funcionais

Além de ser conhecida por suas propriedades corantes e flavorizantes, a cúrcuma tem sido utilizada há 6.000 anos pela medicina Ayurveda, tradicional na Índia, a qual emprega substâncias naturais. É usualmente utilizada no tratamento de doenças da pele, distúrbios estomacais, doenças do fígado e em resfriados com comprometimento das vias nasais (AMMON; WAHL, 1991). Ainda na medicina indiana, a cúrcuma tem sido utilizada como antiinflamatório, antiartrítico, regulador das funções biliares e redutor dos níveis de LDL-colesterol (DUKE, 1997; CECÍLIO-FILHO et al., 2000). Por meio de estudos desenvolvidos utilizando extratos do rizoma da cúrcuma, foram identificadas atividades antioxidante, antimicrobiana, antiinflamatória e anticancerígena (GOVINDARAJAN, 1980; RAMIREZ-TORTOSA et al., 1998; LEE et al., 2003).

Nas últimas quatro décadas, a curcumina vem sendo estudada devido as suas inúmeras atividades farmacológicas, dentre elas, a sua ação antidiarreica, diurética, antiescorbútica, antiespasmódica, hepatoprotetora (GRANDI, 2014), anti-HIV, antiparasitária, inibidora da carcinogênese (ARAUJO; LEON, 2001), anti-inflamatória, antibacteriana, antiviral, antifúngica e antitumoral (BASTOS; ROGERO; ARÊAS, 2009), além de suas propriedades anticonvulsivantes (ALONSO, 2016), antiartrítica, redutora dos níveis de colesterol (ALMEIDA, 2006), sedativa, ação no sistema imune (YU et al., 2002), antioxidante e neuroprotetora (KIM et al., 2014).

A curcumina possui muitos alvos moleculares diferentes, o que torna difícil a determinação de sua função bioquímica. Todavia, existe um consenso de que os objetivos clínicos mais importantes da curcumina são a modulação dos fatores de transcrição e dos genes de sinalização celular envolvidos na resposta inflamatória (DI PIERRO et al., 2013), exercendo ações pleiotrópicas inibitórias e/ou estimulatórias nas vias de sinalização celular (JURENKA, 2009).

O uso da curcumina como suplemento já foi aprovado em diversos países, como África do Sul, Índia, Nepal, Estados Unidos, Coreia, Japão, China, Turquia e Tailândia. Várias formulações de curcumina já foram desenvolvidas, como liofilizada, comprimido, cápsulas, encapsulada em lipossomas, emulsões e nanopartículas; todos na tentativa de aumentar sua biodisponibilidade e, assim, melhorar seu rendimento como função farmacológica (ASAKI et al., 2011; SUZUKI, 2015).

2.2.4 Curcumina e atividade física

Estratégias que possam melhorar a aptidão física e o rendimento em praticantes de exercício vêm sendo cada vez mais estudadas (SOUZA et al., 2005). Da mesma forma, buscaram-se soluções para redução do estresse oxidativo, da dor tardia e das respostas inflamatórias decorrentes do exercício físico muito intenso e/ou prolongado (NICOL et al., 2015). A suplementação com antioxidantes vem sendo indicada para melhora do desempenho e aumento do rendimento durante o exercício, bem como para a diminuição da dor tardia e do tempo de recuperação muscular (SUREDA et al., 2014).

Recentemente, a curcumina passou a ser estudada no meio esportivo devido ao seu potencial antioxidante e antiinflamatório. Esse pigmento está relacionado com vários alvos moleculares, dentre eles o fator nuclear kappa B (NF-kB), que está envolvido na regulação da proteólise e inflamação do músculo, e sua inibição poderia resultar em efeito protetor ao músculo (FARIA, 2016).

A curcumina age inibindo a via do NF-kB. Os estímulos extracelulares que ativam a cascata de formação do NF-kB dependem das espécies reativas de oxigênio (EROs) decorrentes de lesões, processos inflamatórios e estresse oxidativo (LIU et al., 2016). Hamidie et al. (2015) examinaram os efeitos da combinação de treinamento de resistência, associado a curcumina e observaram como resultado o aumento da fosforilação de proteína quinase ativada por adenosina monofosfato, a relação nicotinamida adenina dinucleotídeo oxidada / nicotinamida adenina dinucleotídeo reduzida, aumento da expressão de sirtuína-1 e a desacetilação de receptores ativados por proliferadores de peroxissoma coativador 1 alfa. Além disso, o tratamento com curcumina e o exercício também aumentaram os níveis de adenosina monofosfato cíclico, que são responsáveis por regular várias funções celulares, incluindo apoptose, biogênese mitocondrial, inflamação, metabolismo de glicose/lipídios, autofagia e adaptações ao estresse celular, por meio da desacetilação das proteínas-alvo (KITADA; KOYA, 2013).

2.2.5 Aspectos toxicológicos

Em 1990, estudiosos pertencentes ao *Joint Expert Committee in Food Additives* (JECFA) da *World Health Organization* (WHO, 2004) chegaram à conclusão de que a cúrcuma é mais especificamente um alimento do que um aditivo por seu valor nutricional, portanto, não é apropriado designar-lhe uma ingestão diária aceitável (IDA) (SOUZA,

1993). Para a curcumina, estabeleceu-se uma IDA de 0,1 mg/kg de peso corpóreo e, para a oleoresina, de 0 a 0,3 mg/kg de peso. Entretanto, no encontro realizado em 1995, foi estabelecida uma IDA temporária de 0 a 1 mg de curcumina/kg de peso, que foi estendida até o encontro de 2001, sendo válida até o ano de 2003. De acordo com a WHO (2004), a IDA atual passa a ser de 0 a 3 mg/kg de peso corpóreo para a curcumina; já a cúrcuma e a oleoresina não possuem uma IDA especificada.

A toxicidade oral aguda da cúrcuma é baixa; por exemplo, a dose oral letal de 50% de oleoresina de cúrcuma, para ratos está acima de 10 g/kg de peso corporal (HALLAGAN et al., 1995). Em outro estudo realizado em três gerações de ratos, observou-se que, ao se administrar 500 mg/kg de peso corporal de cúrcuma e 60 mg/kg do extrato alcoólico da mesma, não houve interferência na reprodução dos animais (BHAVANISHANKAR; MURTY, 1987).

2.3 Secagem de alimentos

A desidratação de produtos alimentícios é um processo amplamente utilizado para melhorar a estabilidade dos alimentos por meio da redução da atividade de água do produto, com conseqüente redução da atividade microbiológica e minimização de algumas alterações físicas e químicas durante o armazenamento. Além disso, a massa e volume de alimentos desidratados são menores, o que facilita e diminui os custos de transporte e armazenamento (CRUZ, 2013).

Dentre os métodos existentes para desidratação de alimentos, a secagem é uma das técnicas mais amplamente utilizadas (VISHWANATHA et al., 2010). Em relação aos produtos em pó obtidos com o emprego de secagem, Rajkumar et al. (2007) reportaram que os pós de polpas de frutas e hortaliças apresentam funcionalidade desejada e são estáveis ao longo de um maior tempo de armazenamento, oferecendo várias vantagens sobre outras formas de transformação de produtos como polpas, sucos e concentrados devido às possibilidades de uso em formulações inovadoras. Por exemplo, pós de frutas e hortaliças podem ser usados como um substituto conveniente para sucos concentrados e como ingredientes estáveis para bebidas saudáveis, alimentos para bebês, molhos, confeitos, iogurtes, sorvetes, barras de cereais, dentre outros. Por sua vez, estes produtos atendem à crescente demanda mundial por produtos com características mais próximas ao natural pelas indústrias alimentícia, farmacêutica e cosmética (CAPARINO et al., 2012).

2.3.1 Secagem em leito de espuma

A secagem em leito de espuma, processo desenvolvido em 1959, na Califórnia, Estados Unidos, é definida como um método de secagem simples em relação à preparação da amostra e ao uso de secadores tradicionais (UBOLDI, 1971; FALADE; OKOCHA, 2012).

É uma técnica que promove a secagem de alimentos líquidos, tais como sucos, e vem sendo muito utilizada também para alimentos pastosos como purês ou polpas de frutas e hortaliças (MARQUES, 2009). No Brasil, até o momento, o método é denominado leito de espuma, secagem em leito de espuma e secagem em camada de espuma. Nesse método, um concentrado líquido ou semilíquido sob a forma de uma espuma estabilizada (preparada pela adição de um estabilizador e um gás num misturador contínuo) é submetido à desidratação em uma fina camada de espuma (0,1 a 0,5 milímetros) (FURTADO et al., 2010) em temperaturas relativamente baixas (menores ou iguais a 70 °C) (CRUZ, 2013), até um teor de umidade que impeça o crescimento de micro-organismos e minimize reações químicas e/ou enzimáticas. O produto desidratado é moído e convertido em pó (KADAM et al., 2010).

Diversos estudos têm sido conduzidos a fim de caracterizar os produtos obtidos por meio de secagem em leito de espuma e determinar as melhores condições de operação (temperatura de secagem, tipo e concentração de estabilizantes) (RAJKUMAR et al., 2007; THUWAPANICHAYANAN et al., 2008; MARQUES, 2009; FURTADO et al., 2010; CRUZ, 2013).

Durante a caracterização da espuma de jenipapo com diferentes aditivos visando à secagem em camada de espuma, Pinto (2009) constatou que o Emustab[®] é o aditivo que, nas concentrações usadas, se apresenta como o melhor estabilizante neste tipo de secagem. Por estar na forma de pasta, este emulsificante apresenta facilidade de incorporação e mistura com a polpa, diferente de outros agentes como carboximetilcelulose e gliceril monoesterato que, para serem eficazes, devem ser misturados em água quente para dar uma dispersão sob a forma de uma rígida suspensão sem partículas visíveis (SANKAT e CASTAING, 2004).

De Paula (2015) obteve soro de leite em pó utilizando três métodos de secagem de alimentos nas seguintes temperaturas: secagem em leito de espuma (40, 50, 60, 70 e 80 °C), *spray drying* (55, 60, 65, 70 e 75 °C) e liofilização (-80 °C). Mediante os testes realizados sobre o percentual ideal de agente emulsificante a ser utilizado para a obtenção

do soro de leite em pó seco em leite de espuma, foi observado que a 8% de agente emulsificante houve maior estabilidade da espuma e obtenção do pó.

Vieira et al. (2007) relataram, ainda, que há a possibilidade da manutenção do material em temperatura ambiente, sem despesas inerentes à conservação a frio, possibilidade de formulação com outros produtos e baixa relação volume/massa, com conseqüente economia em custos de embalagem e espaço de armazenamento.

2.3.2 Secagem por atomização (*spray drying*)

A secagem pelo método *spray drying* envolve a atomização de alimentos em um *spray* de gotículas que são colocadas em contato com o ar quente em uma câmara de secagem. Existem três modelos de equipamentos, sendo classificados pelo fluxo de troca de energia na forma de calor. São eles: correntes paralelas, fluxo em contra corrente ou fluxo combinado. As partículas do produto são produzidas por um atomizador centrífugo ou por um bico atomizador (MASTERS, 2002).

É um processo de transformação de um fluido em um produto seco em uma única operação com pouco efeito sobre a qualidade, sendo apresentado como um método comum para o encapsulamento na indústria de alimentos (RÉ, 1998; BEGUM; DEKA, 2017).

Esta técnica de secagem, conhecida também como pulverização ou atomização, destaca-se como uma das técnicas de microencapsulação mais utilizadas devido à disponibilidade, capacidade de aplicação de múltiplos agentes encapsuladores, retenção de compostos voláteis e estabilidade final do produto (SANTOS et al., 2005).

Na indústria de laticínios, a secagem em *spray dryer* é largamente empregada para a produção de ingredientes lácteos com custos de processamento comercialmente viáveis, apresentando custo de evaporação dez vezes inferior ao processo de liofilização (SCHUCK, 2013).

A secagem por *spray drying* é um método bem conhecido e adequado para a desidratação de alimentos líquidos e semissólidos, como bebidas, café, leite e iogurte. Esta secagem tem sido intimamente associada à indústria de laticínios. No entanto, a tecnologia vem sendo expandida para outros grupos de produtos, que podem ser secos por meio deste método, como: os produtos biotecnológicos, químicos, alimentos e produtos farmacêuticos (XIN; MUJUMDAR, 2009).

Em relação aos efeitos de tecnologia, o tempo de residência médio do produto na câmara de secagem é ligeiramente modificado pelas mudanças na configuração do *spray dryer*. No entanto, quando se utiliza o sistema de leito fluidizado como uma etapa adicional do processo de secagem, o tempo de residência é superior devido à maior retenção do produto, enquanto que o retorno de finos para a câmara de secagem diminui o tempo de residência (PERRONE et al., 2013). Esse fato está atribuído à melhor aglomeração das partículas, o que reduz a permanência dos finos no secador, que descreve estatisticamente o tempo/temperatura em que o produto é submetido durante a secagem. Estes atributos podem ser acessados por meio de modelagem ou de medição, e possibilita descrever o histórico de tempo/temperatura do produto, incluindo os efeitos dos tratamentos anteriores à secagem pela medida da distribuição do tempo de residência durante a concentração por evaporação, e estabelecer novas correlações com as mudanças nos constituintes e com as propriedades do pó (JEANTET et al., 2008).

As experiências de um estudo (SCHUCK et al., 2008) mostram que a temperatura do ar de saída do *spray dryer* nem sempre é o melhor parâmetro que afeta o teor de umidade de lácteos em pó. A umidade relativa do ar na saída pode ser o atributo chave para otimizar o teor de umidade e atividade de água nos pós lácteos.

Foi demonstrado que um termo-higrômetro pode ser usado para evitar a aderência e para controlar o teor de água e atividade de água em lácteos desidratados. Quando a diferença entre a umidade relativa do ar determinada pelo termo-higrômetro e os valores calculados é inferior a 2 g de água por kg de ar seco, não ocorre a aderência dos pós às paredes do *spray dryer*, independentemente do lácteo concentrado utilizado. As variações na umidade absoluta e relativa do ar de saída da câmara, resultantes de mudanças na umidade absoluta do ar de entrada, conteúdo de sólidos totais do concentrado, da taxa de cristalização e da temperatura do ar de saída podem ser rapidamente determinadas pelo termo-higrômetro, antes que essas variações afetem a umidade, a atividade de água e, por consequência, a adesão das partículas do produto desidratado no *spray dryer* (SCHUCK et al., 2005).

A secagem por *spray drying* apresenta as seguintes vantagens: baixo custo operacional, bom rendimento e, dependendo da amostra, apresenta rápida solubilidade, fornecendo um produto com cápsula pequena e com boa estabilidade, além de ser capaz de proteger os compostos antioxidantes da luz, evitando a degradação por radicais livres (RÉ, 1998; BEGUM; DEKA, 2017).

REFERÊNCIAS

- ALMEIDA, L. P. **Caracterização de pigmentos da *Curcuma longa*, L., avaliação da atividade antimicrobiana, morfogênese *in vitro* na produção de curcuminóides e óleos essenciais.** 2006. 120f. (Dissertação de Doutorado em Ciência de Alimentos). Faculdade de Farmácia da Universidade Federal de Minas Gerais. Belo Horizonte-MG.
- ALONSO, J. Cúrcuma. In: ALONSO, J. Tratado de Fitofármacos e Nutracêuticos. São Paulo: AC Farmacêutica, 2016. p. 364-373.
- AMMON, H.P.T.; WAHL, M.A. Pharmacology of *Curcuma longa*. **Planta Medica**, v.57, p.1-7, 1991.
- ARAÚJO, C. A. C.; LEON, L. L. Biological activities of *Curcuma longa* L. Mem. Inst. Oswaldo Cruz, Rio de Janeiro. v. 96. n. 5, p. 723-728, 2001.
- ASAKI, H. et al. Innovative preparation of curcumin for improved oral bioavailability. **Biological and Pharmaceutical Bulletin**, Japan, v. 34, n.5, p. 550-665, 2011.
- AZEVEDO, B. M. B. **Ultrafiltração de Concentrados de Soro de Leite de Mistura para Fabrico de Requeijão.** 2015. 98f. (Dissertação de mestrado em Engenharia Química). Instituto Técnico Lisboa. Lisboa, Portugal.
- CRUZ, W. F. **Obtenção de polpa de goiaba (*Psidium guajava* L.) em pó pelo método de secagem em camada de espuma.** 2013. 78f. (Dissertação de mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos). Universidade Federal de Viçosa. Viçosa-MG.
- BAG, S. K.; SRIVASTAV, P. P.; MISHRA, H. N. Optimization of process parameters for foaming of bael (*Aegle marmelos* L.) fruit pulp. **Food Bioprocess Technology**, v. 4, p.1450–1458, 2011.
- BALD, J. A. et al. Características físico-químicas de soros de queijo e ricota produzidos no Vale do Taquari, RS. **Revista Jovens Pesquisadores**, Santa Cruz do Sul, v. 4, n. 1, p. 90-99, 2014.
- BALDASSO, C. **Concentração, purificação e fracionamento das proteínas do soro lácteo através da tecnologia de separação por membranas.** 2008. 163 p. (Dissertação de Mestrado em Engenharia). Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Escola de Engenharia, Porto Alegre.
- BASTOS, D. H. M.; ROGERO, M. M.; ARÊAS, J. A. G. Mecanismos de ação de compostos bioativos dos alimentos no contexto de processos inflamatórios relacionados à obesidade. **Arquivos Brasileiros de Endocrinologia & Metabologia**, v. 53, n. 5, p. 646-656, 2009.
- BEGUM, Y.A.; DEKA, S.C. Stability of Spray Dried Microencapsulated Anthocyanins Extracted from Culinary Banana Bract. **International Journal of Food Properties**, v. 20, n. 2, p. 3135-3148.

BERNI, R. F.; CHAVES, F. C. M.; PINHEIRO, J. B.; VAZ, A. P. A. Produção de açafão em função de acessos e do peso de rizomas-semente. **Revista Brasileira Plantas Mediciniais**, Campinas, v.16, n.3, p. 765-770, 2014.

BHAVANISHANKAR, T. N. MURTY, V. S. Reproductive response of rats fed turmeric (*Curcuma longa* L.) **Journal of Food Science and Technology**, v.24, p.45-48, 1987.

BIEGER, A.; RINALDI, R. N. Reflexos do reaproveitamento de soro de leite na cadeia produtiva de leite do oeste do Paraná. In: CONGRESSO DA SOCIEDADE BRASILEIRA DE ECONOMIA, ADMINISTRAÇÃO E SOCIOLOGIA RURAL, 47, 2009, Porto Alegre. Anais do Congresso da Sociedade Brasileira de Economia, Administração e Sociologia Rural. Florianópolis, 2009.

BOIRIE Y, et al. Slow and fast dietary proteins differently modulate postprandial protein secretion. **Proceedings of the National Academy of Sciences**, v. 94, p. 14930-5, 1997.

CAPARINO, O. A. et al. Effect of drying methods on the physical properties and microstructures of mango (*Philippine 'Carabao' var.*) powder. **Journal of Food Engineering**, v.111, p.135-148, 2012.

CARDI, L. Intumescimento filamentoso no processo de lodos ativados aplicados ao tratamento de soro de queijo: caracterização e uso de floculantes para melhorar a sedimentabilidade. **Engenharia Ambiental**, v.4, n.2, p.26-37, 2007.

CARVALHO, K. D. **Utilização de soro de leite doce na fabricação de sorvete de massa**. 2012. 195 f. Dissertação (Mestrado em Desenvolvimento Sustentável e Qualidade de Vida) - Centro Universitário das Faculdades Associadas de Ensino – FAE, São João da Boa Vista.

CARVALHO, A. F.; MAUBOUIS, J. L. Applications of membrane technologies in the dairy industry. In: COIMBRA, J. S. R.; TEIXEIRA, J. A. **Engineering aspects of milk and dairy products**. Boca Raton: CRC Press, 2010. cap. 3, p. 33-57.

CATARINO, A.; MARTINS A. P. L.; DUARTE E.; SCHWINDEN PRUDÊNCIO, E.; PINHO, M. N. Rennet coagulation of sheep milk processed by ultrafiltration at low concentrations factors. **Journal of Food Engineering**, v. 114, p. 249-254, 2013.

CECÍLIO-FILHO, A. B.; SOUZA, R. J.; BRAZ, L. T.; TAVAREZ, M. Cúrcuma: planta medicinal, condimentar e de outros usos potenciais. **Ciência Rural**, v. 30, n. 1, p.171-175, 2000.

CHALÉ, A. et al. Efficacy of Whey Protein Supplementation on Resistance Exercise-Induced Changes in Lean Mass, Muscle Strength, and Physical Function in Mobility-Limited Older Adults. **The Journals of Gerontology. Series A, Biological Sciences and Medical Sciences**, v. 68, p.682-690, 2013.

CORTEZ, N. M. S. **Diagnóstico da produção do soro de queijo no estado do Rio de Janeiro**. 2013. Tese (Doutorado em Medicina Veterinária) - Universidade Federal Fluminense, Niterói, 2013.

CRUZ, W. F. **Obtenção de polpa de goiaba (*Psidium guajava L.*) em pó pelo método de secagem em camada de espuma.** 2013. 78f. (Dissertação de mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos). Universidade Federal de Viçosa. Viçosa-MG.

DE PAULA, R. R. **Estudo da cinética e influência dos métodos de secagem sobre as propriedades físico químicas de soro de leite.** 2015. 71f. (Dissertação de mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos). Universidade Federal do Espírito Santo, Centro de Ciências Agrárias. Alegre-ES.

DI PIERRO, F. et al. Comparative evaluation of the pain-relieving properties of a lecithinized formulation of curcumin (Meriva®), nimesulide, and acetaminophen. **Journal of Pain Research**, v. 6, n. 3, p. 201-105, 2013.

DUARTE, R. D.; BOVI, O. A.; MAIA, N. B. Corantes - Programa de Pesquisa do Instituto Agrônomo de Campinas. In: SEMINÁRIO DE CORANTES NATURAIS PARA ALIMENTOS, 1., 1989, Campinas. **Anais**. Campinas : ITAL, 1989. p. 45-53.

DUKE, J.A. The green pharmacy, Emmaus: Rodale, 1997, 507 p. GAMBORG, O.L.; MILLER, R.A.; OJIMA, K. Nutrient requirements of suspension cultures of soybean root cells. **Experimental Cell Research**, v.50, p.151-158, 1968.

FALADE, F.K.; OKOCHA, J.O. Foam-mat Drying of Plantain and Cooking Banana (*Musa spp*). **Food Bioprocess Technology**, v. 5, p. 1173-1180, 2012.

FARIA, F. R. **Efeito da suplementação crônica de curcuma longa l. sobre marcadores de inflamação e dano muscular após uma meia maratona.** 2016, 109f. Dissertação de Mestrado (Nutrição e Saúde), Goiânia-GO.

FOEGEDING, E. A.; LUCK, P.; VARDHANABHUTI, B. Whey protein products. In: **The Encyclopedia of Dairy Sciences**. 2nd ed. J. Fuquay, P. Fox, and P. Mc Sweeney, ed. Academic Press, Oxford, UK, p. 873–878, 2011.

FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION. Evaluation of certain food additives. Geneva, p.18-22, 2004. Disponível em: <http://apps.who.int/iris/bitstream/10665/42849/1/WHO_TRS_922.pdf>. Acesso em: dez. 2018.

FOOD INGREDIENTS BRASIL. Proteínas do soro do leite. Nº 41, 2017. Disponível em: <http://revistafi.com.br/upload_arquivos/201707/2017070501642001500897382.pdf>. Acesso em: 15 nov. 2017.

FURTADO, G. F. et al. Secagem de polpa de ceriguela pelo método de camada de espuma. **Revista Brasileira de Produtos Agroindustriais**, v.12, n.1, p.9-14, 2010.

GIROTO, J. M.; PAWLOWSKY, U. O soro de leite e as alternativas para o seu beneficiamento. **Brasil Alimentos**, v.2, n.5, p. 43-46, 2001.

GOVINDARAJAN, V.S. Turmeric – chemistry, technology and quality. **Critical Review in Food Science and Nutrition**, v.12, n.3, p. 199 -301,1980.

GRANDI, T. S. M. Tratado das plantas medicinais: Mineiras, Nativas e Cultivadas. Belo Horizonte: Adaequatio Estúdio, 2014. p. 1076-1077.

HABERT, A. C. **Processos de separação por membranas**. Rio de Janeiro: e-papers, 2006. 180p.

HALLAGAN, J.B.; ALLEN, D.C.; BORZELLECA, J.F. The safety and regulatory status of food, drug and cosmetics colour additives exempt from certification. **Food and Chemical Toxicology**, v. 33, n. 6, p. 515-528, 1995.

HAMIDIE, R.R.D. et al. Curcumin treatment enhances the effect of exercise on mitochondrial biogenesis in skeletal muscle by increasing cAMP levels. **Metabolismo**, v. 64, p. 1334-472, 2015.

HARAGUCHI F.K.; ABREU W.C.; PAULA H. Proteínas do soro do leite: composição, propriedades nutricionais, aplicações no esporte e benefícios para a saúde humana. **Revista Brasileira de Nutrição**, v. 19, p. 479-488, 2006.

HUFFMAN, L.M. Processing whey protein for use as a food ingredient. **Food Technology Journal**, v.50, n.2, p. 49-52, 1996.

JEANTET, R. et al. Residence time distribution: a tool to improve spray-drying control. **Dairy Science and Technology**, v.88, p.31-43, 2008.

JURENKA, J.S. Anti-inflammatory properties of curcumin, a major constituent of *Curcuma longa*: a review of preclinical and clinical research. **Advances in Pharmacological Science**, v.14, n.2, p.141-153, 2009.

KADAM, D. M.; PATIL, R. T.; KAUSHIK, P. Foam Mat Drying of Fruit and Vegetable Products. In: **Drying of Foods, Vegetables and Fruits**, v.1, p.111-124, Singapore, 2010.

KERASIOTI, E. et al. Antioxidant effects of whey protein on muscle C2C12 cells. **Food Chemistry**, v. 155, n.15, p. 271-278, 2014.

KIM, M. H.; KIM, S. H.; YANG, W. M. Mechanisms of action of phytochemicals from medicinal herbs in the treatment of Alzheimer's disease. **Planta Medica**, v. 80, n. 15, p. 1249-1258, 2014.

KITADA, M.; KOYA, D. Renal protective effects of resveratrol. **Oxidative Medicine and Cellular Longevity**, v. 2013, p. 1-7, 2013.

LANDS, L.C.; GREY V.L.; SMOUTAS AA. Effect of supplementation with cysteine donor on muscular performance. **Journal of Applied Physiology**, v. 87, p.1381-1385, 1999.

LARA, W. H. Monografia de corantes naturais para fins alimentícios – padrões de identidade e qualidade. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 1984, 47p.

LEE, H.; CHOI, K.; CHO, K.; AHN, Y. Fungicidal activity of ar-turmerone identified in *Curcuma longa* rhizome against six phytopathogenic fungi. **Agricultural Chemistry and Biotechnology**, v. 46, p. 23-28, 2003.

LIU, G.; XIONG, Y. L.; BUTTERFIELD, D. A. Chemical, physical, and gel forming properties of oxidized myofibrils and whey and soy proteins isolate. **Food Chemistry and Toxicology**, v.65, n.5, p.811-818, 2000.

LIU, Y. et al. Curcumin Ameliorates Ischemia-Induced Limb Injury Through Immunomodulation. **Medical Science Monitor**, v. 15, n. 22, p.2035-2042, 2016.

MARQUES, G. M. R. **Secagem de caldo de cana em leite de espuma e avaliação sensorial do produto**. 2009.84f. (Dissertação de Mestrado em Engenharia de Alimentos). Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia. Itapetinga-BA.

MASTERS, K. **Spray drying in practices**. 6th ed. England: Longman Scientific & Technical and John Wiley & Sons Inc: New York, p.725, 2002.

NGUYEN, D.N. et al. Processing of whey modulates proliferative and immune functions in intestinal epithelial cells. **Journal of Dairy Science**, v. 99, p. 959-969, 2016.

NICOL, M.L. et al. Curcumin supplementation likely attenuates delayed onset muscle soreness (DOMS). **European Journal of Applied Physiology**, v. 115, n.8, p. 1769-1777.

NIKOLAIDIS, M. G. et al. The effect of muscle-damaging exercise on blood and skeletal muscle oxidative stress: Magnitude and time-course considerations. **Sports Medicine**, v.38, p.579–606, 2008.

OLIVEIRA, V.P.; GHIRALDINI, J.E.; SACRAMENTO, C.K. O cultivo de plantas produtoras de corantes. **Revista Brasileira de Corantes Naturais**, v.1, n.1, p. 232-237,1992.

ORSOLIN, P. C.; NEPOMUCENO, J. C. Potencial carcinogênico do açafrão (*Curcuma longa* L.) identificado por meio de teste para detecção de clones de tumor em *Drosophila melanogaster*. **Revista do Núcleo Interdisciplinar de Pesquisa e Extensão do UNIPAM**. Patos de Minas: UNIPAM, v. 6, p. 55-69, 2009.

PAGNO, C. H.; BALDASSO, C.; TESSARO, I. C.; FLORES, S. H.; JONG, E. V. Obtenção de concentrados proteicos de soro de leite e caracterização de suas propriedades funcionais tecnológicas. **Alimentos e Nutrição**, Araraquara, v. 20, n. 2, p. 231-239, 2009.

PELUZIO, M.C.G.; BATISTA, E.C.S. **Proteínas**. In: COSTA, N.M.B; PELUZIO, M.C.G. Nutrição Básica e Metabolismo. Viçosa: UFV, 2008, cap.5, p.120-154.

PEREIRA, A. S.; STRINGHETA, P. C. Considerações sobre a cultura e processamento do açafrão. **Horticultura Brasileira**, v.16, n.2, 102-105, 1998.

PÉRET-ALMEIDA L., CHERUBINO, A.P.F.; ALVES R.J.; DUFOSSÉ, I.; GLÓRIA, M. A. Separation and determination of the physico-chemical characteristics of curcumin, demethoxycurcumin and bisdemethoxycurcumin and bisdemethoxycurcumin. **Food Research International**, v. 38, p. 1039 -1044, 2005.

PERRONE, I. T. et al. Influence of pilot spray dryer settings on moisture and water activity of whole milk powder. **Revista do Instituto De Laticínios Cândido Tostes**, v. 68, p. 5–9, 2013.

PINHEIRO, J. B. ZUCCHI, M. I. TELES, F. L. ÁZARA, N. A. Diversidade genética molecular em acessos de açafrão utilizando marcadores RAPD. **Acta Scientiarum: Agronomy**, Maringá, v. 25, n. 1, p. 195-199, 2003.

PINTO, E. G. **Caracterização da espuma de jenipapo (*Genipa americana L.*) com diferentes aditivos visando à secagem em leite de espuma.** 2009. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Alimentos). Universidade Estadual do Sudoeste da Bahia. Itapetinga-BA.

PINTO, F. A. **Metodologia da espectroscopia no infravermelho para análise dos soros provenientes da fabricação de queijos Minas padrão e prato.** 45 f. Dissertação (Mestrado em Medicina Veterinária) - Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2010.

POULIOT, Y. Membrane processes in dairy technology-from a simple idea to worldwide panacea. *International Dairy Journal*, v. 18, n. 7, p. 735-740, 2008.

RAJKUMAR, P. et al. Drying characteristics of foamed alphonso mango pulp in a continuous type foam mat dryer. *Journal of Food Engineering*, v.79, p. 1452-1459, 2007.

RAMIREZ-TORTOSA, M.C.; AGUILERA, C.M.; CARRIÓN-GUTIÉRREZ, M.A.; RAMIREZ-BOSCA, A.; GIL, A. Curcumin ethanol-aqueous extract inhibits *in vitro* human low density lipoprotein lipoperoxidation. In : SADLER, M.J.; SALTMARSH, T. (Ed) *Functional Foods, the consumer, the products and the evidence*, London : **The Royal Society of Chemistry**, p.111-115, 1998.

RÉ, M.I. Microencapsulation by spray drying. *Drying Technology*, vol. 16, p.1195-1236, 1998.

RUSIG, O.; MARTINS, M.C. Efeito da temperatura, do pH e da luz sobre extratos de oleoresina de cúrcuma (*Cúrcuma longa L.*) e curcumina. *Revista Brasileira de Corantes Naturais*, Vitória da Conquista, v. 1, n. 1, p.158 -164, 1992.

SANKAT, C. K.; CASTAIGNE, F. Foam in gand drying behavior of ripe bananas. *Food Science and Technology*, v.37, n.1, p. 517-525, 2004.

SANTOS, A.B.; FÁVARO-TRINDADE, C.S.; GROSSO, C.R.F. Preparo e caracterização de microcápsula de oleoresina de páprica obtidas por atomização. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, v. 25, p. 322-326, 2005.

SANTOS, M.V.; FONSECA, L. F. L. Importância e efeito de bactérias psicrotróficas sobre a qualidade do leite. *Higiene Alimentar*, v.15, n.82, p.13-19, 2001.

SCARTEZZINI, P.; SPERONI, E. Review on some plants of indian traditional medicinal medicine with antioxidant. *Journal of Ethnopharmacology*, v. 17,p. 23-43, 2000.

SCHUCK, P. et al. Relative humidity of outlet air: the key parameter to optimize moisture content and water activity of dairy powders. *Dairy Science and Technology*, v.88, n.1, p.45-52, 2008.

SGARBIERI, V. C. Propriedades funcionais das proteínas e dos alimentos proteicos. In: *Proteínas em alimentos proteicos, propriedades – degradação – modificações*. São Paulo: Livraria Varela, 1996.

SHEHZAD, A.; QURESHI, M.; ANWAR, M. N.; LEE, Y. S. Multifunctional curcumin mediate multi therapeutic effects. *Journal of Food Science*, v. 82, n.9, 2006-2015, 2017.

SILVA, K. ; BOLINI, H. M. A.; ANTUNES, A. J. Soro de leite bovino em sorvete. **Alimentos e Nutrição**, Araraquara, v. 15, n. 2, p. 187-196, 2004.

SILVA, M. E. C.; PACHECO, M. T. B.; ANTUNES, A. E. C. Estudo da viabilidade tecnológica da aplicação de coacervado de soro de leite com carboximetil celulose em iogurte probiótico. **Brazilian Journal Food Technology**, v.13, n.1, p.30-37, 2010.

SMITHERS, G. W. Whey and whey proteins—From ‘gutter-to-gold’. **International Dairy Journal**, v.18, p. 695-704, 2008.

SOUZA JR. T.; OLIVEIRA, P.R.; PEREIRA, B.P.; Exercício físico e estresse oxidativo Efeitos do exercício físico intenso sobre a quimioluminescência urinária e malondialdeído plasmático. **Revista Brasileira de Medicina do Esporte**, v.11, n. 1, 2005.

SOUZA, C. R. A. **Cúrcuma: caracterização extração e estabilidade**. 1993. 79f. (Dissertação, Mestrado em Ciência de Alimentos). Faculdade de Farmácia da UFMG. Belo Horizonte-MG.

SOUZA, C. R. A.; GLORIA, M. B. A. Chemical analysis of turmeric from Minas Gerais, Brazil and comparison of method for flavor free oleoresin. **Brazilian Archives of Biology and Technology**, Curitiba, v.41, n.2, p. 218-224, 1998.

SUREDA, A., et al. Scuba diving induces nitric oxide synthesis and the expression of inflammatory and regulatory genes of the immune response in neutrophils. **Physiological Genomics**, v. 46, n. 17, p. 647-54, 2014.

SUZUKI, I. L. **Viabilização da curcumina natural nanoencapsulada para inativação fotodinâmica**. 2015. 117f. (Dissertação de mestrado em Ciências). Instituto de Física de São Carlos. Universidade de São Paulo. São Carlos-SP.

TAHAVORGAR, A. et al. Whey protein preloads are more beneficial than soy protein preloads in regulating appetite, calorie intake, anthropometry, and body composition of overweight and obese men. **Nutrition Research**, v.34, p. 856-861, 2014.

THUWAPANICHAYANAN, R.; PRACHAYAWARAKORN, S.; SOPONRONNARIT, S. Drying characteristics and quality of banana foam mat. **Journal of Food Engineering**, v.86, p.573–583, 2008.

TSENG, Y.M. et al. Effects of whey protein concentrate (WPC) on the distributions of lymphocyte subpopulations in rats with excessive alcohol intake. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, v. 58, n.24, 2010.

UBOLDI, M. **Desidratação por camada de espuma (foam-mat) de suco de tomate**. 1971. 39f. (Dissertação de mestrado em Ciência de Alimentos). Faculdade de Tecnologia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, 1971.

UCHIYAMA S. et al. Relationship between oxidative stress in muscle tissue and weight-lifting-induced muscle damage. **European Journal Physiology**, vol. 452, p.109–16, 2006.

VIEIRA, H.; FIGUEIREDO, R. M. F.; QUEIROZ, A. J. M. Isotermas de adsorção de umidade da pitanga em pó. **Revista de Biologia e Ciências da Terra**, v.7, n.1, 2007.

VIOTTO, W. H.; MACHADO, L. M. P. Estudo sobre a cristalização da lactose em doce de leite pastoso elaborado com diferentes concentrações de soro de queijo e amido de milho modificado. **Revista do Instituto de Laticínios Cândido Tostes**, v.62, n.4, p.16-21, 2007.

VISHWANATHAN, K. H.; HEBBAR, H. U.; RAGHAVARAO, K. S. M. S. Hot air assisted infrared drying of vegetables and its quality. **Food Science and Technology Research**, v.16, n.5, p.381-388, 2010.

XIN, H.L.; MUJUMDAR, A.S. Spray Drying and Its Applications in Food Processing. In: Innovation in Food Engineering, New Techniques and Products (edited by Passos, M.L and Ribeiro, C.P), p. 324-326, 2009.

YEE, K. W. K.; WILEY, D. E.; BAO J. Whey Protein Concentrate Production By Continuous Ultrafiltration: Operability Under Constant Operating Conditions. **Journal of Membrane Science**, v. 290, p.125-137, 2007.

YU, Z. F.; KONG, L. D.; CHEN, Y. Antidepressant activity of aqueous extracts of *Curcuma longa* in mice. **Journal Ethnopharmacology**, v. 83, n. 1-2, p. 161-5, 2002.

3. OBJETIVOS

3.1 Objetivo geral

Desenvolver um concentrado proteico de soro de leite (WPC) adicionado de extrato de cúrcuma (*Curcuma longa* L.) a partir de dois métodos de secagem (secagem em leito de espuma e *spray drying*) e caracterizá-lo quanto ao seu potencial tecnológico e nutricional.

3.2 Objetivos específicos

- ✓ Obter o extrato de cúrcuma por meio de extração alcóolica;
- ✓ Quantificar a concentração de curcumina no extrato de cúrcuma por espectrofotometria;
- ✓ Obter um concentrado proteico de soro de leite (WPC) adicionado de extrato de cúrcuma a partir dos métodos de secagem por leito de espuma e *spray drying*;
- ✓ Avaliar a aceitação do produto desenvolvido;
- ✓ Determinar a ocorrência, concentração e estabilidade de vitamina C (ácido ascórbico), carotenoides (α -caroteno, β -caroteno e licopeno), curcumina e riboflavina na amostra controle (soro fluido acrescido de extrato de cúrcuma e aroma de abacaxi) e nos produtos obtidos após a secagem pelos dois métodos;
- ✓ Determinar a concentração e a estabilidade de compostos fenólicos totais e capacidade antioxidante na amostra controle (soro fluido acrescido de extrato de cúrcuma e aroma de abacaxi) e nos produtos obtidos após a secagem pelos dois métodos;
- ✓ Determinar cinzas, umidade, proteínas, lipídios, carboidratos do produto obtido da secagem que apresentar menores perdas de compostos bioativos;
- ✓ Investigar a ocorrência, concentração e estabilidade de minerais (Ca, P, K, Mg, Cu, Mn, Fe, Zn, Cr, Na, Ni, Pb, Cd) no produto obtido da secagem que apresentar menores perdas de compostos bioativos;

- ✓ Estimar o potencial de contribuição do concentrado proteico de soro de leite adicionado de extrato de cúrcuma, quanto ao atendimento às recomendações de nutrientes para adultos na faixa etária de 19 a 59 anos de idade;
- ✓ Caracterizar os aspectos tecnológicos dos produtos desenvolvidos (morfologia, distribuição do tamanho de partículas, cor, espectros Raman e o gasto energético).

4. METODOLOGIA GERAL

4.1 Local do experimento

O experimento foi conduzido em três departamentos da Universidade Federal de Viçosa (UFV), Campus Viçosa, e no Departamento de Química da Universidade Federal de Juiz de Fora, Minas Gerais, Brasil:

Departamento de Nutrição e Saúde (DNS/UFV):

- Laboratório de Análise de Vitaminas: análises de vitaminas, carotenoides, fenólicos totais, curcumina e capacidade antioxidante;
- Laboratório de Análise de Alimentos: análise da composição centesimal;
- Laboratório de Desenvolvimento de Novos Produtos: cocção da cúrcuma.
- Laboratório de Análise Sensorial: Análise sensorial dos produtos obtidos.

Departamento de Tecnologia de Alimentos (DTA/UFV):

INOVALEITE: desenvolvimento dos produtos.

Departamento de Solos (DPS/UFV):

Laboratório de Solos Florestais e de Absorção Atômica: análise de minerais.

Departamento de Química (UFJF):

QUIMTEC/NEEM: microscopia eletrônica de varredura, distribuição do tamanho de partícula, análise colorimétrica, espectroscopia Raman.

Instituto de Laticínios Cândido Tostes da EPAMIG (Juiz de Fora- MG): Laboratório de Pesquisas Físico Químicas: composição centesimal do concentrado proteico de soro de leite adicionado de extrato de cúrcuma.

4.2 Matéria-prima

4.2.1 Cúrcuma

A cúrcuma (*Curcuma longa* L.) foi adquirida de produtores rurais da cidade de Viçosa, MG. A coleta das amostras se deu por diferentes pés, para obtenção de uma

amostra representativa, sendo utilizado apenas o rizoma para condução deste estudo. A coleta da cúrcuma foi realizada no *habitat* natural deste rizoma e o período de coleta se deu no mês de dezembro de 2017.

As amostras foram transportadas ao Laboratório de Vitaminas do DNS/UFV em sacos plásticos sob a proteção da luz solar e artificial. No laboratório, os rizomas foram selecionados, higienizados, descascados e acondicionados em sacos plásticos de polietileno na quantidade aproximada de 250 g. As embalagens foram lacradas, identificadas e armazenadas em *freezer* ($-18^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$) até o momento de sua utilização. Durante todo este processo, as amostras foram mantidas sob proteção da luz solar e artificial, com a utilização de vidrarias âmbar, papel alumínio e cortinas do tipo “blackout”.

4.2.2. Soro de leite

O soro de queijo Minas frescal foi adquirido e ultrafiltrado (ultrafiltrador, GEA[®]) no laticínio Sérvulo em Senador Firmino – MG,. Foi utilizado um fator de concentração de 5,25. A amostra foi dividida em quatro porções:

- 1) Armazenada em *freezer* a $-18^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ (soro fluido), para análises nutricionais;
- 2) Utilizada no estudo piloto, por meio da secagem em *spray drying* (análise sensorial);
- 3) Desenvolvimento do WPC adicionado de extrato de cúrcuma por meio da secagem em *spray drying*;
- 4) Desenvolvimento do WPC adicionado de extrato de cúrcuma por meio da secagem em leito de espuma.

4.2.3 Extrato de cúrcuma

O método de extração e análise baseou-se na NBR 13624 (LARA, 1984) que tem como princípio a extração da curcumina com etanol, diluição e leitura espectrofotométrica, descrita a seguir.

A cúrcuma (higienizada e descascada) foi colocada em uma panela doméstica, e sobre ela foi adicionada água (quantidade suficiente para cobrir a amostra). A cúrcuma foi cozida por 20 minutos, marcados a partir do momento em que a água entrou em ebulição. Finalizada a cocção, o conteúdo da panela foi colocado em um recipiente até que estivesse em temperatura ambiente.

Posteriormente, com o auxílio de um mixer vertical (Black&Decker® SB40), triturou-se a cúrcuma cozida, sendo adicionado, aos poucos, álcool 70% para a extração da curcumina (quantidade suficiente para triturar a amostra). A mistura triturada foi tampada com papel alumínio, e deixada em repouso por 4 horas.

Transcorrido esse período, a mistura (cúrcuma, água e álcool) foi centrifugada (Multi-purpose® centrifuge, NF 1200/1200R) a 6000 rpm por 10 minutos. O sobrenadante foi transferido e filtrado a vácuo em funil de Büchner com papel de filtro e o álcool foi evaporado a $70^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ por 20 minutos, em evaporador rotativo (QUIMIS® modelo Q344.1) acoplado à bomba de vácuo (TECNAL® modelo TE058). O extrato foi armazenado em frasco âmbar em *freezer* a $-18^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ para sua utilização na produção do concentrado proteico de soro de leite adicionado de extrato de cúrcuma (CWPC) e para as análises nutricionais e tecnológicas. O extrato foi utilizado uma semana após o seu preparo para o desenvolvimento dos CWPC. Já para a realização das análises nutricionais e tecnológicas, o mesmo permaneceu em *freezer* por mais 30 dias.

4.3 Desenvolvimento de um concentrado proteico de soro de leite adicionado de extrato de cúrcuma (CWPC) por meio de dois métodos de secagem: leito de espuma e *spray drying*

4.3.1 Estudo piloto

4.3.1.1 Desenvolvimento de CWPC por *spray drying* com duas diferentes dosagens de curcumina

Inicialmente, buscaram-se na literatura dosagens recomendadas de curcumina e possíveis efeitos e riscos de toxicidade. De acordo com a WHO (2004), a ingestão diária adequada (IDA) para este composto varia entre 0 a 3 mg/kg de peso corpóreo.

O estudo piloto foi necessário, visto que não era conhecido o comportamento do extrato de cúrcuma adicionado ao WPC na secagem por *spray drying*, método este escolhido por ser o mais empregado para a produção industrial de *whey protein* e pelo menor custo operacional.

Foram desenvolvidas e testadas duas formulações de WPC: uma com adição de 7,2 mg e outra com adição de 3,6 mg de curcumina (porção de 30 g de *whey protein*). Era de interesse verificar se, no CWPC, o sabor pungente e amargo da cúrcuma prejudicaria a aceitação do produto, e se este sabor seria perceptível a ponto de influenciar na escolha do

indivíduo. Para aumentar a aceitação, foram desenvolvidos CWPCs com e sem aroma artificial de abacaxi. Para cada 3 g de CWPC foi acrescido 1 g do aroma artificial em pó sabor abacaxi (composição: açúcar, amido de milho, acidulante, aromatizante artificial, corantes artificiais: amarelo tartrazina e amarelo crepúsculo). A quantidade de aroma foi calculada de acordo com as orientações da embalagem do produto.

Para o cálculo da quantidade de extrato de cúrcuma a ser adicionada ao WPC, considerou-se a média da ingestão diária aceitável (IDA) de curcumina de 0-3 mg/kg de peso corporal/dia (WHO, 2004). A escolha do aroma artificial de abacaxi baseou-se na coloração amarelada apresentada pelo CWPC desenvolvido.

O soro fluido concentrado adicionado do extrato de cúrcuma foi seco em *spray drying* (GEA[®], modelo Minor Production), com temperatura do ar de entrada de 180 °C ± 1 °C e temperatura do ar de saída 85 °C ± 2 °C. O processo foi realizado na Universidade Federal de Viçosa - MG (INOVALEITE – Departamento de Tecnologia de Alimentos).

4.3.1.2 Análise sensorial

Foi realizada a análise sensorial de 4 formulações de CWPCs (adicionados de 7,2 e 3,6 mg de curcumina) obtidas da secagem *spray drying* com e sem aroma artificial de abacaxi, no Laboratório de Análise Sensorial do Departamento de Nutrição e Saúde/UFV.

Os voluntários foram recrutados por meio de cartazes fixados no Departamento do Centro de Ciências Biológicas e da Saúde, Campus da Universidade Federal de Viçosa e em academias da cidade de Viçosa, Minas Gerais e também por meio eletrônico. Como critério de inclusão, foram recrutados indivíduos de 18 a 59 anos, de ambos os sexos, não intolerantes à lactose, não alérgicos à proteína do leite de vaca e consumidores habituais de *whey protein*.

Os voluntários foram posicionados em cabines individuais, onde receberam uma ficha de avaliação e o Termo de Consentimento Livre e Esclarecido que foi assinado, atestando a aceitação em participar do estudo (APÊNDICE 1).

As amostras foram diluídas em água (3 g de CWPC em 30 mL de água filtrada) e apresentadas em copos descartáveis de 50 mL, de forma simultânea, codificadas com algarismos aleatórios de três dígitos, em temperatura refrigerada. Junto às amostras, foi servido um copo de água mineral para a limpeza das papilas gustativas entre a análise de cada formulação de produto.

As quatro amostras foram avaliadas quanto à preferência (CARNEIRO; MINIM, 2006) (APÊNDICE 2) e quanto à aceitação, em dias não consecutivos. A avaliação da aceitação foi realizada apenas com a amostra mais preferida pelos voluntários, por meio de uma escala hedônica de nove pontos (APÊNDICE 3), ancorada nos extremos nos termos “Gostei extremamente” e “Desgostei extremamente”(REIS; MINIM, 2006).

Após avaliação dos resultados da análise sensorial, prosseguiu-se o experimento com a amostra contendo 3,6 mg de curcumina com aroma artificial de abacaxi, visto ter sido esta a amostra mais preferida pelos voluntários e com boa aceitação (média de 6,13 pontos, localizando-se entre os termos hedônicos “gostei ligeiramente” e “gostei moderadamente”).

4.3.1.3 Aspectos éticos

Este projeto foi aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa com Seres Humanos da Universidade Federal de Viçosa, MG (Parecer nº 2.568.251) (ANEXO 1).

4.3.2 Desenvolvimento do CWPC por meio de dois métodos de secagem

A atividade de água (a_w) foi monitorada durante as secagens do CWPC pelos dois métodos, a 25 °C, por meio de termohigrômetro Aqualab (Decagon[®] 3TE, Decagon Devices Inc., USA). Durante a secagem em leito de espuma, a a_w foi medida a cada hora até o valor final de $a_w = 0,20 \pm 0,1$. Na secagem por *spray drying*, a medida de a_w foi realizada apenas no final do processo, visto que o método não permite acesso à amostra sem que seja desligado o equipamento (PERRONE et al., 2013).

Além disso, para que fosse possível a comparação entre os dois métodos de secagem, a sonda do termohigrômetro HygroPalm22-A (Rotronic[®], Bassersdorf, Suíça) foi posicionada nos dois secadores utilizados nos dois métodos de secagem para monitorar a temperatura (°C), umidade relativa (%) e a umidade absoluta no ar de entrada e saída (kg de água /kg de ar seco), de acordo com Schuck et al. (2005).

4.3.2.1 Desenvolvimento de CWPC por spray drying (CWPC-SD)

O procedimento de secagem foi conduzido em *spray dryer* modelo MSDi 1.0 (Labmaq[®] do Brasil) equipado com um bico de pulverização de 1 mm de diâmetro. As taxas de ar e de fluxo de produto, bem como a temperatura do ar foram definidas mediante

testes iniciais, seguindo a metodologia proposta por Perrone et al. (2013). Em um béquer de plástico, foi pesado o retentado, sendo adicionado a ele o extrato de cúrcuma (3,6 mg curcumina para uma porção de 30 g de CWPC), sendo considerado um rendimento de 6 a 6,5 %, em média, depois de seco (MOREIRA et al., 2017).

A vazão utilizada na secagem foi de 1 kg/h, sendo a amostra seca a 45 °C. Após este período de secagem, o material seco foi removido do equipamento com auxílio de espátulas de plástico. Em seguida, foi acrescido o aroma artificial em pó de abacaxi. O pó obtido foi armazenado em embalagens plásticas, envolvidas com papel alumínio e armazenadas em *freezer* a -18 °C ± 1 °C.

4.3.2.2 Desenvolvimento de CWPC por secagem em leite de espuma (CWPC-LE)

Inicialmente, pesou-se o retentado, sendo adicionado a ele o extrato de cúrcuma (3,6 mg curcumina para uma porção de 30 g de CWPC), sendo considerado um rendimento de 6 a 6,5 %, em média, depois de seco (MOREIRA et al., 2017). Em seguida adicionou-se 8% do agente emulsificante (composto por 20 % de carboidratos e 26 % lipídios) em relação ao peso do soro de leite fluido (DE PAULA, 2015). Com o auxílio de uma batedeira doméstica (Philips Wallita[®]), a mistura foi homogeneizada por 20 minutos, na velocidade máxima, até a obtenção de uma espuma consistente.

A espuma obtida foi disposta em bandejas de alumínio cobertas com papel manteiga, e colocada em desidratador de alimentos modelo PD-15 (Polidryer[®]) com circulação de ar, na temperatura de 70 °C (CRUZ, 2013). As bandejas foram mantidas no equipamento até o momento em que toda a espuma fosse convertida em pó (9 horas, em média). Neste momento, o material seco foi removido das bandejas com auxílio de espátulas de plástico. Em seguida, foi acrescido, para cada 3 g de CWPC, 1 g do aroma artificial em pó de abacaxi. O pó foi armazenado em embalagens plásticas, as quais foram envolvidas com papel alumínio e armazenadas em *freezer* a -18 °C ± 1°C.

4.4 Análise de vitaminas e compostos bioativos

As análises foram realizadas nas seguintes amostras: CWPC-SD, CWPC-LE e controle (mistura do soro de leite fluido, acrescido do extrato de cúrcuma e do aroma artificial de abacaxi na mesma quantidade adicionada nos CWPCs desenvolvidos). As análises foram realizadas nas seguintes amostras: cúrcuma, soro de leite fluido, extrato de cúrcuma e dos CWPCs obtidos pelos dois métodos de secagem. A curcumina não foi

analisada no soro fluido, visto que este não sofreu adição de extrato de cúrcuma, e a riboflavina não foi analisada na cúrcuma, visto que esta não é fonte desta vitamina.

As análises foram realizadas com as amostras em base úmida, visto que os concentrados proteicos de soro de leite foram redissolvidos em água destilada de acordo com a umidade inicial do soro fluido (89 %), em quadruplicatas.

Durante todas as análises químicas, as amostras foram mantidas sob proteção da luz solar e artificial, com a utilização de vidrarias âmbar, papel alumínio e cortinas do tipo “blackout”.

4.4.1 Vitamina C (ácido ascórbico)

As condições utilizadas para extração do ácido ascórbico (AA) foram as otimizadas por Campos et al. (2009). Foram pesados 5 g das amostras em base úmida (4,45 g de água e 0,55 g de amostra em pó), aos quais foram adicionados 15 mL de solução extratora (ácido metafosfórico 3%, ácido acético 8%, ácido sulfúrico 0,3 mol/L e EDTA 1mM). A mistura foi homogeneizada em microtritador (IKA[®] T18 basic Ultra Turrax[®]) durante 5 minutos. Após homogeneização, as amostras foram centrifugadas (Multi-purpose[®] centrifuge, NF 1200/1200R, 14000 rpm) a 4.000 rpm (1.789 g) por 15 minutos. O sobrenadante foi transferido e filtrado a vácuo em funil de Büchner com papel de filtro. Em seguida, o filtrado foi transferido para um balão volumétrico, sendo o volume completado para 25 mL com água ultrapura.

Para análise do AA, as condições cromatográficas foram as seguintes: sistema de cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE) acoplado a detector de arranjo de diodos (DAD) (Shimadzu[®] SOD-M10 AVP), com comprimento de onda ajustado para 245 nm; coluna cromatográfica C-18 Synergi Hydro 250 x 4,6 mm, 4µm; fluxo da fase móvel (1mM NaH₂PO₄, 1mM EDTA, pH 3,00) de 1,0 mL/ min.; tempo de corrida de 7 minutos e volume de injeção de 10 µL. A identificação do AA foi realizada comparando-se os tempos de retenção obtidos para o padrão (Proquímios[®], Brasil) e para as amostras, analisados sob as mesmas condições.

A quantificação foi realizada por padronização externa, utilizando curvas analíticas construídas a partir da injeção, em duplicata, de seis diferentes concentrações de soluções padrão. O ácido ascórbico foi expresso em mg/100 g de amostra.

4.4.2 Carotenoides

Os carotenoides foram extraídos por meio da metodologia proposta por Rodriguez-Amaya (2001). Foram utilizados 3 g das amostras em base úmida (2,67 g de água destilada e 0,33g das amostras em pó), os quais foram homogeneizados em 20 mL de acetona resfriada, com o auxílio de um microtritador (IKA[®] T18 basic Ultra Turrax[®]) por 2 minutos. A suspensão obtida foi filtrada a vácuo em funil de Büchner com papel de filtro, mantendo o resíduo no tubo de extração. Em seguida, o procedimento de extração foi repetido por mais duas vezes adicionando-se 20 mL de acetona resfriada ao resíduo, com posterior homogeneização e filtração a vácuo.

Posteriormente, foi realizada a partição dos carotenoides da acetona para o éter de petróleo. O filtrado foi transferido, em três frações, para um funil de separação contendo 50 mL de éter de petróleo resfriado. Após a transferência de cada fração, foram adicionados aproximadamente 100 mL de água destilada para a separação de fases (carotenoides - éter de petróleo e acetona-água), sendo a fase inferior (acetona-água) descartada. Foi acrescentado sulfato de sódio anidro ao extrato etéreo para remoção de qualquer resíduo de água. Em seguida, o extrato foi concentrado em evaporador rotativo (QUIMIS[®] modelo Q344.1) acoplado à bomba de vácuo (TECNAL[®] modelo TE058) a 35 ± 2 °C. Posteriormente foram redissolvidos os carotenoides em quantidade conhecida de éter de petróleo (25 mL, balão volumétrico). O armazenamento foi em frascos de vidro âmbar identificados.

As análises de carotenoides foram realizadas de acordo com o proposto por Pinheiro-Sant'Ana et al. (1998) por CLAE-DAD a 450 nm. Para a pré-análise, foi pipetada uma fração do extrato etéreo em um frasco âmbar, que foi seco sob fluxo de nitrogênio. Em seguida o extrato seco foi retomado em 2 mL de acetona grau HPLC. Este extrato foi filtrado em unidades filtrantes (0,45µm, Millipore[®], Brasil), sendo injetados 30 µL na coluna cromatográfica.

Foi utilizada coluna cromatográfica Phenomenex[®] Gemini (250 x 4 mm i.d., 5µm) munida de coluna de guarda Phenomenex[®] ODS (C18), (4 mm x 3 mm); fase móvel composta por metanol: acetato de etila: acetonitrila (80:10:10); eluição isocrática; fluxo da fase móvel de 2,0 mL/min. O tempo de corrida foi de 12 minutos.

A identificação dos carotenoides foi realizada pela comparação dos tempos de retenção de padrões autênticos (Sigma[®]) e amostras, e dos espectros de absorção dos padrões e picos de interesse nas amostras, obtidos pelo DAD, analisados sob as mesmas

condições. A quantificação foi realizada por padronização externa, utilizando curvas analíticas construídas a partir da injeção, em duplicata, de seis diferentes concentrações de soluções padrão. Os carotenoides foram expressos em mg/100 g de amostra.

4.4.3 Curcumina

A curcumina foi extraída por meio da metodologia da NBR 13624 (LARA, 1984). Em balões volumétricos de 100 mL, foram adicionados 0,10 g das seguintes amostras: cúrcuma *in natura*, extrato de cúrcuma e CWPCs obtidos pelos dois métodos de secagem (0,089 g água destilada e 0,011 g de amostra em pó). Nos balões foram adicionados, ainda, 60 mL de ácido acético glacial. Os balões foram tampados com papel alumínio e colocados em banho metabólico (DUBNOFF[®] modelo MA-093) (180 rpm), em temperatura a 90 °C durante 1 hora sob agitação. Em seguida, foram adicionados 2 g de ácido bórico e 2 g de ácido oxálico, sendo os balões mantidos em banho metabólico por mais 10 minutos. Em seguida, foram retirados, sendo deixados em repouso até atingirem a temperatura ambiente. Posteriormente, seus volumes foram completados com ácido acético glacial e foi realizada a homogeneização. Destes balões, foram retirados 5 mL e transferido para balões volumétricos de 50 mL, sendo seus volumes completados com ácido acético glacial.

A absorvância foi medida em espectrofotômetro Evolution 60S, Thermo Scientific[®], EUA em comprimento de onda de 540 nm, tendo como branco o ácido acético e os demais reagentes sem adição da amostra.

Para a construção da curva padrão de curcumina, foi dissolvido 0,10 g do padrão curcumina (Sigma-Aldrich[®]) em ácido acético glacial, em balão de 1000 mL, com auxílio de calor. Desta solução, foram pipetados 0,2; 0,5; 1; 2; 5; 10; 15; 20 e 25 mL em balões de 100 mL, e seus volumes foram completados com ácido acético glacial. As absorvâncias foram lidas para a construção da curva padrão.

4.4.4 Riboflavina

A determinação de riboflavina foi realizada segundo o método proposto por Bianchini e Penteadó (2000), com modificações. Utilizou-se uma solução de ácido tricloacético (TCA) em uma concentração final de 8 % (20 mL de soro de leite fluido e 20 mL de solução de TCA 16 %). Para as amostras em pó de CWPC secos via *spray dryer* e pela secagem em leite de espuma foi realizada a diluição com base na umidade do soro de

leite fluido (17,8 g de água destilada e 2,2 g de amostra em pó). O material foi filtrado a vácuo em funil de Büchner utilizando-se papel de filtro e neutralizado vagarosamente com NaOH 10 % até pH 6,0-6,5, utilizando-se pipeta e agitação magnética.

O volume do extrato foi completado para 100 mL com água ultrapura, usando balão volumétrico e, em seguida, transferido para um frasco de vidro âmbar e mantido sob refrigeração (6 ± 2 °C), até o momento das análises por CLAE. Anteriormente à injeção, o material foi filtrado em unidades filtrantes com 0,45 µm de porosidade.

As condições cromatográficas utilizadas foram: CLAE, munido de bomba de alta pressão (LC-10AD VP; Shimadzu[®]), injetor automático com alça de amostragem de 50 µL; detector de fluorescência (SPD-10AV, Shimadzu[®]), operando em comprimento de onda de excitação igual a 456 nm e de emissão igual a 525 nm; coluna C18 VP-ODS Shim-Pack[®], 5 µm, 150 x 4,6 mm; fase móvel composta de metanol e água ultrapura (40:60); fluxo 1mL/min, tempo de corrida de 5 min.

As análises e pós-análises foram controladas por um computador acoplado ao sistema. A identificação da riboflavina foi realizada por comparação do tempo de retenção do padrão e amostras analisadas sob as mesmas condições.

4.5 Determinação de compostos fenólicos totais

4.5.1 Obtenção dos extratos

Para preparo dos extratos, foram utilizados 2 g das amostras em base úmida (1,78 g de água destilada e 0,22 g de amostra em pó), os quais foram adicionados de 20 mL de solução de extração composta de acetona: água (70:30 v/v), sendo a mistura submetida à agitação em banho metabólico (DUBNOFF[®] modelo MA-093) (180 rpm), em temperatura ambiente por 15 minutos. As amostras foram centrifugadas (Multi-purpose[®] centrifuge, NF 1200/1200R, 14000rpm), por 15 minutos. As frações do sobrenadante foram filtradas em papel de filtro e os volumes completados para 20 mL com a solução de extração. Os extratos foram armazenados em frascos âmbar e armazenados em *freezer* a -18 °C \pm 1° C. Aliquotas dos extratos foram utilizadas nos testes antioxidantes e para a estimativa de fenólicos totais (BLOOR, 2001).

4.5.2 Estimativa da concentração de fenólicos totais

A concentração de fenólicos totais nos extratos foi estimada utilizando o reagente de Folin-Ciocalteu, de acordo com a metodologia proposta por Singleton et al. (1999).

Foram adicionados em tubos de ensaio 500 µL do extrato, 500 µL de reagente de Folin-Ciocalteu (Sigma-Aldrich[®], Alemanha) a 20 % (diluído em água) e 500 µL de solução de carbonato de sódio a 7,5 % (diluído em água), com posterior agitação em vórtex (Bio Vórtex V1 BIOSAN[®]). Em seguida, o extrato foi deixado em repouso por 30 minutos ao abrigo da luz. A absorbância foi lida em espectrofotômetro (Thermo Scientific[®], Evolution 60S, EUA), em comprimento de onda de 765 nm. Uma curva analítica foi construída a partir da leitura da absorbância de soluções com diferentes concentrações (0,005-0,10 mg/mL) de ácido gálico (Sigma-Aldrich[®], Alemanha). Os resultados foram expressos em miligramas de equivalentes de ácido gálico por grama de amostra (mg GAE/100 g de amostra).

4.6 Determinação da capacidade antioxidante

4.6.1 Teste do 1,1-difenil-2-picril-hidrazil (DPPH*)

A atividade de retirada de radical (ARR) das amostras foi determinada a partir do extrato preparado para a análise de fenólicos totais utilizando o método do radical DPPH (1,1-difenil-2-picril-hidrazil) (BLOOR, 2001). Uma alíquota de 100 µL do extrato foi adicionada de 1500 µL de solução metanólica de DPPH (Sigma-Aldrich[®], Alemanha) 0,1 mM. Foi realizada a agitação em vórtex e, em seguida, o extrato foi deixado em repouso para reagir por 30 minutos ao abrigo da luz. A absorbância foi lida em espectrofotômetro (Thermo Scientific[®], Evolution 60S, EUA) a 517 nm. A curva analítica foi construída usando 50-100 mmol/L de solução trolox. A atividade antirradical (AAR) foi expressa em mmol de equivalente de trolox/100 g de amostra (mmol trolox/100 g) (BLOOR, 2001).

4.7 Análises de composição centesimal

A análise de composição centesimal seguiu a metodologia da *Association of Official Analytical Chemists* (2012), e foi realizada em triplicata apenas no CWPC-SD desenvolvido (devido às suas menores perdas de compostos bioativos em relação ao CWPC-LE). Os valores foram expressos em base seca.

4.7.1 Determinação da umidade

A determinação da umidade foi feita por técnica de gravimetria em estufa (Nova Ética[®], Modelo 400, 6ND, São Paulo, Brasil) a 105 °C. Anteriormente às análises, as placas de *petri* foram dessecadas em estufa a 105 ± 1 °C durante duas horas. Em seguida,

pesaram-se 5 g de cada amostra nas placas de *petri* devidamente identificadas, as quais foram submetidas ao calor em estufa (Nova Ética[®], Modelo 400, 6ND, São Paulo, Brasil) a 105 ± 1 °C, até a obtenção de massa constante, verificada em balança semi-analítica (Gehaka[®], AG200). A umidade foi determinada segundo a equação:

$$\% \text{ de umidade (m/m)} = (P_u - P_s / P_u) \times 100$$

Onde P_u = Peso da amostra úmida (peso inicial) e

P_s = Peso da amostra seca (peso final)

4.7.2 Determinação de lipídios

Foi utilizado o método 989.05 (AOAC, 2012). Béqueres foram secos em estufa por 1 hora a 105 °C, e deixados para esfriar em dessecador para posterior utilização depois da centrifugação da amostra). Pesaram-se cerca de 10 g da amostra no frasco de Mojonnier, adicionou-se 1,5 mL hidróxido de amônio (NH₄OH) com posterior homogeneização. Após, adicionaram-se 3 gotas de indicador de fenolftaleína e 10 mL de álcool etílico a 95 %, tampou-se o frasco com rolha de cortiça embebida em H₂O e agitou-se o frasco por 15 segundos. Para a primeira extração, adicionaram-se 25 mL de éter etílico, agitou-se o frasco durante 1 minuto, com liberação da pressão acumulada soltando o batente conforme a necessidade. Adicionou-se 25 mL de éter de petróleo no frasco, colocou-se a rolha e agitou-se por mais 1 minuto. Em seguida, os frascos foram centrifugados a cerca de 600 rpm durante 30 segundos para obter uma separação limpa entre as fases aquosa (rosa brilhante) e éter. O sobrenadante foi transferido para o béquer previamente seco em estufa. Para a segunda extração, adicionou-se no frasco mais 5 mL de álcool a 95 %, tampou-se com rolha e agitou-se por 15 segundos. Em seguida, adicionaram-se 15 mL de éter etílico, tampou-se com rolha e agitou-se o frasco por mais 1 minuto. Adicionaram-se 15 mL de éter de petróleo, tampou-se com rolha e agitou-se o frasco por mais 1 minuto. Em seguida, os frascos foram centrifugados a cerca de 600 rpm durante 30 segundos. O sobrenadante foi transferido para o mesmo béquer usado na primeira extração. Para a terceira extração, a adição de álcool a 95 % foi omitida, e o restante do procedimento utilizado na segunda extração foi repetido. Evaporaram-se completamente os solventes no exaustor de placa quente a 100 °C. Secou-se a gordura extraída até peso constante em estufa de ar forçado a 100 ± 1 °C (30 minutos). Retirou-se

as placas da estufa, colocou-as no dessecador para arrefecer até à temperatura ambiente. O mesmo procedimento foi realizado para se obter o branco (reagentes menos a amostra), sendo a amostra substituída por 10 mL de H₂O. Após a análise, o peso de qualquer resíduo seco coletado foi anotado para o cálculo.

A determinação do % de lipídios foi determinada segundo a fórmula:

$$\% \text{ de lipídios (m/m)} = \frac{(N - B)}{P} \times 100$$

Onde:

N = peso em g de lipídios

P = peso em gramas da amostra e

B = peso do branco

4.7.3 Determinação de cinzas totais

Inicialmente os cadinhos de porcelana foram calcinados em mufla a 600 °C, resfriados em dessecador e pesados em balança analítica. Em seguida, adicionaram-se, aproximadamente, 2 g de amostra liofilizada, levando-a à mufla. Foi realizada carbonização lenta das amostras para a exalação dos vapores, aumentando-se a temperatura em 50 °C a cada intervalo de 5 minutos até atingir 350 °C, permanecendo por 60 minutos. Em seguida, a temperatura foi elevada a 600 °C, e permaneceu por 6 horas até a obtenção de cinzas claras ou levemente acinzentadas. Posteriormente, as cinzas foram resfriadas, por 30 minutos, em dessecador contendo sílica gel, até atingir temperatura ambiente, com posterior pesagem em balança analítica (Gehaka[®], AG200).

A determinação do % de cinzas foi determinada segundo a fórmula:

$$\% \text{ cinzas (m/m)} = (\text{g cinzas/g amostra}) \times 100$$

4.7.4 Determinação de proteínas

Utilizaram-se equipamentos de digestão, destilação e titulação de Micro- *Kjeldahl*. Em papel-manteiga, foram pesados 40 mg da amostra liofilizada, sendo transferida aos

tubos de digestão e adicionado de 1 g de mistura catalisadora constituída de 94 % de sulfato de potássio, 5% de sulfato de cobre, 1 % de selênio. Posteriormente, na capela de exaustão, foram adicionados 3 mL de H₂SO₄ concentrado. Depois de vedados, os tubos foram levados ao bloco digestor. A temperatura foi elevada até atingir 380 °C durante 90 minutos; após esse tempo, desligou-se o bloco digestor, até atingir a temperatura ambiente. Posteriormente, os tubos foram vedados e levados ao bloco digestor. Os sistemas de digestão e exaustão foram acionados aumentando a temperatura, a cada 10 minutos, de 50 °C em 50 °C até atingir a temperatura a 350 °C durante 60 minutos. Em seguida, elevou-se a temperatura a 380 °C por 90 minutos. Após este procedimento, desligou-se o bloco digestor até atingir a temperatura ambiente. Após a digestão, os tubos foram levados ao destilador de nitrogênio (Marconi, MA 036) e acrescentaram-se, aproximadamente, 10 mL de NaOH 50 % até a mistura obter coloração escura.

Em erlenmeyer de 250 mL, adicionaram-se 10 mL de solução de ácido bórico (H₃BO₃) e solução indicadora composta de 1% de verde de bromocresol e 1% de vermelho de metila em etanol, os quais foram submetidos ao condensador do aparelho. A destilação foi efetuada até obtenção de 75 mL de solução de coloração roxa. A solução obtida durante a destilação foi titulada com solução HCl 0,05 mol/L até o ponto de viragem do indicador de fenolftaleína.

$$\%N = \frac{(HCl \text{ amostra} - HCl \text{ branco}) \times 100 \times 0,7 \times Fc}{P}$$

Onde:

N = nitrogênio.

HCl amostra = (quantidade de NaOH gasto na amostra em mL);

HCl branco = (quantidade de NaOH gasto no branco em mL);

Fc = fator de conversão (1,08191) e

P = peso da amostra em (mg).

A concentração de proteína bruta (% P) no CWPC-SD foi obtida pela multiplicação do teor de nitrogênio (% N) pelo fator de conversão de nitrogênio para proteína animal (6,38).

$$\%Proteína\ animal = \%N \times 6,38$$

4.7.5 Cálculo de carboidratos totais

Foi realizada a análise da concentração da lactose, por meio de CLAE, utilizando como referência a metodologia descrita pela ISO 22662/IDF 198 (2007).

4.8 Determinação dos elementos químicos

As concentrações dos elementos químicos (fósforo - P, potássio - K, cálcio - Ca, magnésio - Mg, cobre - Cu, ferro - Fe, zinco - Zn, manganês - Mn, sódio - Na, cromo - Cr, cádmio - Cd, chumbo - Pb e níquel - Ni) foram determinadas, em duplicata, por Espectrometria de Emissão Atômica em Plasma Indutivamente Acoplado (ICP-AES), no CWPC-SD (devido às menores perdas de compostos bioativos em relação ao CWPC-LE).

4.8.1 Preparo das amostras para análises

4.8.1.1 Descontaminação das vidrarias

Todas as vidrarias foram descontaminadas com solução de HCl a 2 % por período de cinco minutos, e enxaguado com água deionizada. Após a lavagem, as vidrarias foram levadas à estufa com circulação forçada de ar, a $50\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$, até a secagem completa das mesmas.

4.8.1.2 Digestão nítrico-perclórica

O procedimento de digestão nítrico-perclórica seguiu a metodologia de Sarruge; Haag (1974). Em tubo de digestão foi pesado 0,5 g da amostra, a qual foi moída e acrescida de 10 mL de ácido nítrico e ácido perclórico (4:1), em capela de exaustão de gases, e o volume completado para 25 mL com água deionizada. Em seguida, o extrato foi transferido para frasco de vidro devidamente vedado até o momento da leitura para cada elemento químico.

4.8.1.3 Determinação dos elementos químicos

Na análise de fósforo (P), utilizou-se 1 mL da solução anterior ao qual foram acrescidos 9 mL da solução composta de subcarbonato de bismuto com ácido sulfúrico

(H₂SO₄) concentrado e adição de solução de ácido ascórbico. Após 20 minutos ocorreu a leitura em espectrofotômetro (BRAGA; DEFELIPO, 1974).

Na determinação de potássio (K), retirou-se 1 mL da solução de digestão nítrico-perclórica e em tubo de ensaio adicionaram-se 24 mL de água deionizada, seguida de agitação e determinação por fotometria de chama.

Os demais elementos químicos (Ca, Mg, Cu, Fe, Zn, Mn, Na, Cr, Cd, Pb e Ni), foram determinados por espectrometria de emissão óptica em plasma indutivamente acoplado (ICP-OES) conforme o comprimento de onda correspondente a cada elemento químico (ANEXO 2).

As curvas analíticas dos elementos químicos foram realizadas utilizando concentrações crescentes e conhecidas da solução de padrão multi elementar (SPME), de acordo com a concentração esperada para cada elemento químico. Os resultados foram expressos em dag/kg (base seca) e transformados e expressos para mg/100 g (base fresca).

4.9 Aspectos tecnológicos dos CWPCs produzidos

4.9.1 Distribuição do tamanho de partícula dos CWPCs, reidratados por difração a laser

A distribuição do tamanho das partículas foi realizada por meio do analisador de difração a laser Beckman Coulter[®] LS 13 320 (Beckman Coulter[®], Miami, FL, EUA) acoplado ao módulo de análise líquida (Aqueous liquid module, Beckman Coulter[®], Miami, FL, EUA). As amostras foram adicionadas na forma líquida (extrato de cúrcuma) e na forma de pó (WPC e CWPC), sem prévia reidratação, lentamente e em quantidades suficientes no reservatório do módulo de análise líquida contendo água a temperatura ambiente visando obter nível de opalescência. Os dados foram coletados na região de 0,375 µm a 2000 µm com tempo de cada coleta estabelecido em 90 segundos, sendo que tais coletas foram realizadas ao longo de cinco diferentes tempos (1,5; 3,0; 4,5; 6,0 e 7,5 minutos). Os resultados foram obtidos utilizando a aproximação de Fraunhofer visando à observação da solubilidade total. Os dados foram representados pelo % de volume ocupado pelas partículas em função do seu tamanho. Com o *software* Beckman Coulter[®] (Particle Characterization) versão 5.03 foi realizada a análise estatística dos dados obtidos.

4.9.2 Microscopia eletrônica de varredura

Foi obtida a caracterização da morfologia (imagens x200) da cúrcuma *in natura* e do seu extrato, ambos liofilizados (Labconco[®], FreeZone 2.5 Plus), assim como dos pós (WPC, CWPC) por meio da Microscopia Eletrônica de Varredura (Hitachi[®], TM3000, Hitachi Ltd., Tokyo, Japan).

4.9.3 Análise colorimétrica

A cor dos pós foi mensurada utilizando espectrofotômetro (CM-5, Konica Minolta[®], Osaka, Japão) operando de acordo com a escala CIELa*b*. O sistema de cores CIELa*b* emprega três ordenadas, em que L* refere-se à luminosidade do objeto avaliado, a* é a medida do croma no eixo vermelho-verde e b* fornece a medida do croma no eixo amarelo-azul. Em termos mais compreensíveis, a coordenada L* representa quanto mais clara ou mais escura é a amostra, com valores variando de 0 (totalmente preta) a 100 (totalmente branca). A coordenada a* pode assumir valores de -80 (verde) a +100 (vermelha); e a coordenada de cromaticidade b* pode variar de -50 (azul) a +70 (amarela). O modelo dispositivo de separação espectral foi o de grade de difração planar empregando-se o SCI (*specular component included*), faixa de medição de refletância e comprimento de onda de 360 até 740 nm (Gadonski et al., 2018; Minolta, 2007).

4.9.4 Isoterma de sorção

A análise de isoterma foi realizada a 25 °C por meio do equilíbrio entre as amostras e diferentes soluções saturadas de sais em dessecadores após 21 dias da entrada das amostras de WPC e CWPC nos dessecadores. Os sais utilizados para o preparo das soluções saturadas e as respectivas atividades de água foram: LiCl (0,112); KC₂H₃O₂ (0,226); K₂CO₃ (0,438); Mg (NO₃)₂ (0,544); NH₄NO₃ (0,620); NaCl (0,753).

4.9.5 Espectroscopia Raman

Os espectros Raman do WPC, do extrato de Cúrcuma (líquido) e do CWPC foram obtidos utilizando um espectrômetro FT-Raman (Bruker[®], modelo RFS 100) equipado com detector Ge refrigerado com nitrogênio líquido e um laser Nd: YAG com uma linha de excitação a 1064 nm. Um feixe de 90 mW foi focado na amostra. Para todos os espectros, obteve-se uma boa relação sinal / ruído realizando uma média de 512 varreduras, as quais

foram coletadas com uma resolução espectral de 4 cm^{-1} . A aquisição dos espectros Raman foi realizada pelo *software* OPUS 6.0 (Almeida et al. 2011).

4.9.6 Caracterização termodinâmica do processo de secagem (balanço de energia)

O balanço de energia foi realizado seguindo a metodologia proposta por Silva et al. (2017), a fim de verificar a energia mínima consumida por cada equipamento durante a produção do CWPC por meio da secagem em leito de espuma e *spray drying* e comparar o desempenho energético dos secadores.

4.10 Análise estatística dos dados

O delineamento experimental foi em blocos casualizados (DBC). A normalidade dos dados foi avaliada pelo teste de *Shapiro Wilk*. Para comparar a concentração de vitaminas e compostos bioativos nos dois CWPC desenvolvidos (*spray drying* e leito de espuma) os dados foram analisados por ANOVA, seguida pelo teste de *Dunnet* ($\alpha = 0,05$). As análises estatísticas foram realizadas utilizando o programa SPSS versão 20.0.

REFERÊNCIAS

ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS (AOAC). Official methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists, 19th ed. Gaithersburg, MD, USA, 2012.

BIANCHINI, R.; PENTEADO, M.V.C. Teores de tiamina, riboflavina, e piridoxina, em leites bovinos comercializados na cidade de São Paulo. **Food Science and Technology**, v.20, p.291-298, 2000.

BLOOR, S. J. Overview of methods for analysis and identification of flavonoids. **Methods in Enzymology**, v. 335, p.2-14, 2001.

BRAGA, J.M.; DEFELIPO, B.V. Determinação espectrofotométrica do fósforo em extrato de solo e plantas. **Revista Ceres**, v. 21, p.73-85, 1974.

CAMPOS, F. M. et al. Optimization of methodology to analyze ascorbic and dehydroascorbic acid in vegetables. **Química Nova**, v. 32, n.1, p. 87-91, 2009.

CARNEIRO, J. S.; MINIM, V. P. R. Testes de preferência. In: MINIM, V.P.R. Análise sensorial: Estudos com consumidores. Viçosa: Ed. UFV, 2006. Cap. 2, p.51-65.

CRUZ, W. F. **Obtenção de polpa de goiaba (*Psidium guajava L.*) em pó pelo método de secagem em camada de espuma.** 2013. 78f. (Dissertação de mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos). Universidade Federal de Viçosa. Viçosa-MG.

DE PAULA, R. R. **Estudo da cinética e influência dos métodos de secagem sobre as propriedades físico químicas de soro de leite.** 2015. 71f. (Dissertação de mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos). Universidade Federal do Espírito Santo, Centro de Ciências Agrárias. Alegre-ES.

FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION. Evaluation of certain food additives. Geneva, p.18-22, 2004. Disponível em: <http://apps.who.int/iris/bitstream/10665/42849/1/WHO_TRS_922.pdf>. Acesso em: dez. 2018.

GADONSKI, A. P.; FEIBER, M.; DE ALMEIDA, L.; NAUFEL, F. S.; SCHMITT, V. L. Avaliação do efeito cromático em resinas compostas nanoparticuladas submetidas a solução café. **Revista de Odontologia da UNESP**, v.47, p.137-142, 2018.

LARA, W.H. Monografia de corantes naturais para fins alimentícios–padrões de identidade e qualidade. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 1984, 47p.

MINOLTA. 2007. Precise color communication: color control from perception to instrumentation. Disponível em: https://www.konicaminolta.com/instruments/knowledge/color/pdf/color_communicatio n.pdf. Acesso em dez. 2018.

MOREIRA, R. O. ; JUNIOR, P. H. R.; FRANCISQUINI, J. A. ; STEPHANI, R. ; PERRONE, I. T. ; CARVALHO, A. F. Produção de concentrado proteico de soro em escala piloto: aspectos tecnológicos. **Revista do Instituto De Laticínios Cândido Tostes**, v. 72, n. 4, p. 205-214, 2017.

PERRONE, I. T. ; SIMEÃO, M. ; JÚNIOR, P.H.R. ; STEPHANI, R. ; CARVALHO, A.F. Influence of pilot spray drying settings on moisture and water activity of whole milk powder. **Revista do Instituto De Laticínios Cândido Tostes**, v. 68, p. 5-9, 2013.

PINHEIRO-SANT'ANA, H. M. et al. Carotenoid retention and vitamin A value in carrot (*Daucus carota L.*) prepared by food service. **Food Chemistry**, v.61, n. 1-2, p.145-151, 1998.

REIS, R. C.; MINIM, V. P. R. Testes de aceitação. In: MINIM, V.P.R. Análise sensorial: Estudos com consumidores. Viçosa: Ed. UFV, 2006. Cap. 3, p.68-83.

RODRIGUEZ-AMAYA, D.B. **A guide to carotenoid analysis in foods.** ISLI press Washington D. Washington D.C, 2001.

SARRUGE, J. R.; HAAG, H. P. Análise química de plantas. Piracicaba, Escola Superior de Agricultura Luiz de Queiroz, 1974, 56p.

SCHUCK, P.; MEJEAN, S.; DOLIVET, A.; JEANTET, R. Thermohygrometric Sensor: A Tool for Optimizing the Spray Drying Process. *Innova. Innovative Food Science & Emerging Technologies.*, v.6, n.1, p. 45-50, 2005.

SILVA, C. R. D.; MARTINS, E.; SILVEIRA, A. C. P.; SIMEÃO, M.; MENDES, A. L.; PERRONE, Í. T.; SCHUCK, P.; CARVALHO, A. F. Thermodynamic characterization of single-stage spray dryers: Mass and energy balances for milk drying. *Drying Technology*, 35, p.1791-1798, 2017.

SINGLETON, V.L. et al. Analysis of total phenols and other oxidation substrates and antioxidants by means of Folin-Ciocalteu reagent. *Methods of Enzymology*, New York, v.299, p.152-178, 1999.

5. RESULTADOS

5.1 ARTIGO 1

***SPRAY DRYING* APRESENTA VANTAGENS NUTRICIONAIS QUANDO COMPARADO À SECAGEM EM LEITO DE ESPUMA NA PRODUÇÃO DE CONCENTRADO PROTEICO DE SORO DE LEITE ADICIONADO DE EXTRATO DE CÚRCUMA**

Jaqueline Vieira Piovezana Gomes^a, Lívyia Alves de Oliveira^a, Stephanie Michelin Santana Pereira^a, Aline Rosignoli da Conceição^a, Eliana Carla Gomes de Souza^a, Ítalo Tuler Perrone^b, Mateus da Silva Junqueira^c, Helena Maria Pinheiro Sant'Ana^a e Ceres Mattos Della Lucia^{a*}.

^aDepartamento de Nutrição e Saúde, Universidade Federal de Viçosa (UFV), Viçosa, MG, Brasil.

jaquelinegomesnut@gmail.com; livyaalvesoliveira@gmail.com; stephanie.pereira@ufv.br; alinerosignoli@hotmail.com; eliana.gomes@ufv.br; helenapinheirosantana@gmail.com; ceresnut@yahoo.com.br

^bFaculdade de Farmácia- Universidade Federal de Juiz de Fora (UFJF), Juiz de Fora, MG, Brasil. italotulerperrone@gmail.com

^cDepartamento de Engenharia de Alimentos, Universidade Federal de São João Del-Rei (UFSJ), 35701970, São João Del-Rei, MG, Brasil. mateusjunqueira@ufs.edu.br

*Autor correspondente: Ceres Mattos Della Lucia. Departamento de Nutrição e Saúde, Universidade Federal de Viçosa (UFV), Avenida Peter Henry Rolfs - Campus Universitário. 36571-000 –Viçosa, MG, Brasil. Tel.: + 55 (31) 3612-5197.

E-mail: cmdellalucia@ufv.br

Compostos químicos estudados no artigo:

Ácido ascórbico (PubChem CID: 54670067); α -caroteno (PubChem CID: 4369188); β -caroteno (PubChemCID: 5280489); Curcumin (PubChem CID:969516); riboflavina: (PubChem CID: 493570).

** A ser submetido à *Food Chemistry*

RESUMO

Objetivou-se desenvolver e caracterizar nutricionalmente concentrados proteicos de soro de leite contendo extrato de cúrcuma produzidos por *spray drying* (CWPC-SD) e leite de espuma (CWPC-LE). Vitamina C, carotenoides e riboflavina foram determinados por cromatografia líquida de alta eficiência. Fenólicos totais, curcumina e capacidade antioxidante foram determinados por espectrofotometria. A análise da composição centesimal foi realizada de acordo com a metodologia da *Association of Official Analytical Chemists*. A determinação do fósforo (P) ocorreu por calorimetria pelo método do ácido ascórbico, o potássio (K) por fotometria de chama e o enxofre (S) por turbidimetria. Não foram verificadas perdas de vitamina C e observou-se aumento da capacidade antioxidante em ambos os produtos quando comparados ao controle (soro fluido acrescido de extrato de cúrcuma e aroma de abacaxi) ($p < 0,05$). Não foram encontrados carotenoides e riboflavina nos produtos desenvolvidos. O CWPC-SD apresentou menores perdas de fenólicos e curcumina em comparação ao CWPC-LE ($p < 0,05$). O CWPC-SD pode ser considerado boa fonte de carboidratos, boa fonte de proteínas, fonte de potássio e cálcio e boa fonte de fósforo. Diante do potencial antioxidante e nutricional do CWPC-SD desenvolvido no presente estudo, recomenda-se seu consumo por praticantes de atividade física.

Palavras chave: soro de leite; cúrcuma; desenvolvimento de produto; compostos bioativos; capacidade antioxidante.

ABSTRACT

We aimed to develop and characterize nutritional aspects of whey protein concentrates containing turmeric extract by spray drying (TWPC-SD) and foam mat drying (TWPC-FMD). Vitamin C, carotenoids and riboflavin were determined by high performance liquid chromatography (HPLC). Total phenolics, curcumin and antioxidant capacity were determined by spectrophotometry. The analysis of the centesimal composition was performed according to the methodology of the Association of Official Analytical Chemists. The determination of phosphorus (P) occurred by calorimetry using the ascorbic acid method, potassium (K) by flame photometry and sulfur (S) by turbidimetry. Carotenoids and riboflavin were not detected in the developed products. Vitamin C losses were not observed in the developed products (maintenance in TWPC-FMD: $p = 0.05$, and increase in TWPC-SD: $p < 0.05$), and increased antioxidant capacity was observed in both products when compared to control (fluid serum plus turmeric extract and pineapple aroma: $p < 0.05$). The TWPC-SD had lower phenolic and curcumin losses ($p < 0.05$) compared to TWPC-FMD. TWPC-SD can be considered a good source of carbohydrate, good source of protein, source of potassium and calcium and good source of phosphorus. In view of the antioxidant and nutritional potential of the TWPC-SD developed in the present study, the consumption of the product by physical activity practitioners is recommended.

Keywords: whey; turmeric; product development; bioactive compounds; antioxidant capacity.

1. Introdução

O soro de leite representa de 80 a 90 % do volume total do leite utilizado durante a produção de queijos e contém, aproximadamente, 55 % dos nutrientes do leite (proteínas solúveis, lactose, vitaminas, minerais e uma quantidade mínima de gordura), sendo utilizado na indústria na elaboração de diversos produtos (Alves, Moreira, Júnior, Martins, Perrone, & Carvalho, 2014).

O soro pode ser concentrado por meio da tecnologia de separação por membranas (Antunes, 2003; Alves, Moreira, Júnior, Martins, Perrone, & Carvalho, 2014), processo que, além de concentrar e purificar substâncias, mostra-se eficiente para melhoria da qualidade microbiológica (Habert, 2006; Alves et al., 2014). A concentração do soro leva à formação de produtos proteicos que podem ser utilizados como ingredientes para melhorar as propriedades tecno-funcionais dos alimentos (solubilidade, geleificação, viscosidade, emulsificação, formação de espuma) (Alves et al., 2014; Cheison & Kulozik, 2017; Teba, Silva, Chávez, Carvalho, & Ascher, 2017; Bacenetti, Bava, Schievano, & Zucali, 2018).

Tal produto, entretanto, apresenta alta perecibilidade e baixa estabilidade e, por isso, métodos de secagem são comumente empregados para aumentar sua vida de prateleira. Dentre eles, destaca-se a secagem *spray drying* e em leito de espuma (Chong & Law, 2011; Cruz, 2013; Alves et al., 2014).

O concentrado proteico de soro de leite (WPC), conhecido popularmente como *whey protein*, tem sido estudado e inserido na alimentação de atletas e praticantes de atividade física por conter grandes quantidades de aminoácidos de cadeia ramificada (leucina, isoleucina e valina), peptídeos bioativos e cálcio, sendo considerado um produto que apresenta propriedades fisiológicas e funcionais que intensificam a hipertrofia (Patel, 2015; Davies, Carson, & Jakeman, 2018).

Estudos apontam que a frequente realização de exercícios físicos intensos, prolongados e exaustivos configura-se em um dos principais fatores promotores da peroxidação lipídica, devido ao fato de que estes exercícios induzem o estresse oxidativo, pelo desequilíbrio entre a síntese de espécies reativas de oxigênio (EROs) e a capacidade antioxidante corporal (Rogerio, Tirapegui, Pedrosa, Castro & Pires, 2006; Powers, Talbert, & Adhietty, 2011). O início e a propagação da cadeia de reações de oxidação podem ser significativamente retardados ou prevenidos com a presença de pequenas concentrações de compostos fenólicos, antioxidantes presentes em fontes vegetais (Hammerschmidt & Pratt, 1987; Morais, Oliveira-Neto, Melo, Bertini, Silva, & Alves, 2016), como a cúrcuma (*Curcuma longa* L.), por exemplo.

A cúrcuma, mais conhecida como açafrão-da-terra, é uma espécie de planta medicinal nativa da Índia e Sudeste Asiático (Cañamares, Garcia-Ramos, & Sanchez-Cortes, 2006). Na indústria alimentícia, é utilizada como corante, aromatizante e como ingrediente no preparo de temperos e em produtos processados, inclusive em produtos lácteos (Ricardo, 2014; Mohajeri, Behnam, Cicero, & Sahebkar, 2017).

Seu principal componente fitoquímico é o composto polifenólico conhecido como curcumina (pigmento amarelo), que atua na proteção dos componentes celulares e processos oxidativos, combatendo radicais livres, promovendo, assim, o equilíbrio entre os compostos pró-oxidantes e antioxidantes (Cañamares et al., 2006; Costa, Gazim, Iwanaga, Gonçalves, Bernuci, & Cortez, 2015; Mohajeri et al., 2017). Entretanto, a curcumina é insolúvel em água e éter, é degradada em solução alcalina e instável à presença de luz, fatores que usualmente limitam sua aplicação em alimentos (WHO, 2004). Desta forma, o microencapsulamento deste composto é uma alternativa que vêm sendo estudada (Chin et al., 2009; Dar, Malik, Shahid-ul-Islam, Gull, & Hashmi, 2017).

Diante do exposto, o objetivo do presente estudo foi desenvolver e caracterizar nutricionalmente um concentrado proteico de soro de leite (*whey protein*) adicionado de extrato de cúrcuma (CWPC), por meio de dois métodos de secagem (*spray drying* e leito de espuma).

2. Materiais e métodos

2.1 Amostras

2.1.1 Cúrcuma e extrato de cúrcuma

A cúrcuma (*Curcuma longa* L.) foi adquirida de produtores rurais da cidade de Viçosa, MG. A coleta das amostras se deu por diferentes pés, para obtenção de uma amostra representativa, sendo utilizado apenas o rizoma para condução deste estudo. A coleta da cúrcuma foi realizada no *habitat* natural deste rizoma e o período de coleta se deu no segundo semestre de 2017, no mês de dezembro.

As amostras foram transportadas ao Laboratório de Vitaminas do DNS/UFV em sacos plásticos sob a proteção da luz solar e artificial. No laboratório, os rizomas foram selecionados, higienizados, descascados e acondicionados em sacos plásticos de polietileno na quantidade aproximada de 250 g. As embalagens foram lacradas, identificadas e armazenadas em *freezer* ($-18^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ por 6 meses). Durante todo este processo, as amostras foram mantidas sob proteção da luz solar e artificial, com a utilização de vidrarias âmbar, papel alumínio e cortinas do tipo “blackout”.

O preparo do extrato baseou-se no método analítico da NBR 13624 (Lara, 1984), que tem como princípio a extração da curcumina com etanol, diluição e leitura espectrofotométrica, descrita a seguir.

A cúrcuma (higienizada e descascada) foi pesada, colocada em uma panela doméstica, e sobre ela foi adicionada água (quantidade suficiente para cobrir a amostra). A cúrcuma foi cozida por 20 minutos, marcados a partir do momento em que a água entrou em ebulição. Finalizada a cocção, o conteúdo da panela foi colocado em um recipiente até que estivesse em temperatura ambiente.

Posteriormente, com o auxílio de um mixer vertical (Black&Decker SB40), triturou-se a cúrcuma cozida, sendo adicionado, aos poucos, álcool 70 % para a extração da curcumina (quantidade suficiente para triturar a amostra). A mistura triturada foi tampada com papel alumínio, e deixada em repouso por 4 horas.

Transcorrido esse período, a mistura (cúrcuma, água e álcool) foi centrifugada (Multi-purpose centrifuge, NF 1200/1200R, 14000 rpm) a 6000 rpm por 10 minutos. O sobrenadante foi transferido e filtrado a vácuo em funil de Büchner com papel de filtro e o álcool foi evaporado a $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ por 20 minutos, em evaporador rotativo (QUIMIS modelo Q344.1) acoplado à bomba de vácuo (TECNAL modelo TE058). O extrato foi armazenado em frasco âmbar em *freezer* a $-18^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ para sua utilização na produção do concentrado proteico de soro de leite adicionado de extrato de cúrcuma (CWPC) e para as análises nutricionais e tecnológicas.

2.1.2 Soro de leite

O soro foi adquirido e ultrafiltrado (ultrafiltrador, GEA[®]) em um laticínio (Laticínio Sérvulo, localizado em Senador Firmino, Minas Gerais- Brasil) e transportado imediatamente à Plataforma Inovaleite. O soro foi utilizado em quatro momentos distintos durante o experimento (tempo 1: imediatamente após a chegada; tempo 2: quinze dias de armazenamento; tempo 3: 21 dias de armazenamento; tempo 4: 30 dias de armazenamento em *freezer* a $-18^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$).

2.2 Secagem Piloto em *spray drying*

2.2.1 Desenvolvimento de CWPC em duas dosagens de curcumina

O estudo piloto foi necessário, visto que não era conhecido o comportamento do extrato de cúrcuma adicionado ao WPC na secagem *spray drying*, método este escolhido por ser o mais empregado para a produção industrial de *whey protein* e pelo menor custo operacional.

Foram desenvolvidas e testadas duas formulações de WPC: uma com adição de 7,2 mg e outra com adição de 3,6 mg de curcumina (porção de 30 g de *whey protein*). Era de interesse verificar se, no CWPC, o sabor pungente e amargo da cúrcuma prejudicaria a aceitação do produto, e se este sabor seria perceptível a ponto de influenciar na escolha do indivíduo. Para aumentar a aceitação, foram desenvolvidos CWPCs com e sem aroma artificial de abacaxi. Para cada 3 g de CWPC foi acrescido 1 g do aroma artificial em pó sabor abacaxi (composição: açúcar, amido de milho, acidulante, aromatizante artificial, corantes artificiais: amarelo tartrazina e amarelo crepúsculo). A quantidade de aroma foi calculada de acordo com as orientações da embalagem do produto.

Para o cálculo da quantidade de extrato de cúrcuma a ser adicionada ao WPC, considerou-se a média da ingestão diária aceitável (IDA) de curcumina de 0-3 mg/kg de peso corporal/dia (WHO, 2004). A escolha do aroma artificial de abacaxi baseou-se na coloração amarelada apresentada pelo CWPC desenvolvido.

O soro fluido concentrado adicionado do extrato de cúrcuma foi seco em *spray dryer* (GEA[®], modelo Minor Production) com temperatura do ar de entrada de 180 °C ± 1 °C e temperatura do ar de saída 85 °C ± 2 °C na Universidade Federal de Viçosa - MG (INOVALEITE – Departamento de Tecnologia de Alimentos) para obtenção do CWPC para a análise sensorial.

2.2.2 Análise sensorial

As quatro amostras de CWPC foram avaliadas quanto à preferência e quanto à aceitação, em dias não consecutivos, por julgadores não treinados. No teste de preferência, as amostras foram avaliadas por 67 indivíduos (23,88 % homens e 76,12 % mulheres). No teste de aceitação a amostra preferida foi julgada por outros 53 indivíduos (41,51 % homens e 58,49 % mulheres). O estudo foi aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa com Seres Humanos (Parecer nº 2.568.251) da Universidade Federal de Viçosa (MG).

A avaliação da preferência foi realizada por meio do método de Friedman, segundo sugerido por Carneiro & Minim (2006). Já a avaliação da aceitação foi realizada por meio de uma escala hedônica de nove pontos, ancorada nos extremos nos termos “Gostei extremamente” e “Desgostei extremamente”. Em ambos os testes, as amostras foram diluídas (3 g CWPC em 30 mL de água mineral) e servidas em copos descartáveis de 50 mL, sendo apresentadas de forma simultânea, codificadas com algarismos aleatórios de três dígitos, em temperatura refrigerada. Junto às amostras, foi servido um copo de água mineral para a limpeza das papilas gustativas entre a análise de cada formulação de produto (Carneiro & Minim, 2006; Reis & Minim, 2006).

Mediante os resultados da análise sensorial, prosseguiu-se o experimento com a amostra contendo 3,6 mg de curcumina com aroma artificial de abacaxi, visto ter sido esta a amostra mais preferida pelos voluntários (46,4 %) e com boa aceitação (média de 6,13 pontos, localizando-se entre os termos hedônicos “Gostei ligeiramente” e “Gostei moderadamente”).

2.3 Desenvolvimento de CWPC por meio de dois métodos de secagem

A atividade de água (a_w) foi monitorada durante as secagens do CWPC pelos dois métodos, a 25 °C, por meio de termohigrômetro Aqualab[®] (Decagon 3TE, Decagon Devices Inc., USA). Durante a secagem em leito de espuma, a a_w foi medida a cada hora

até o valor final de $a_w = 0,20 \pm 0,1$. Na secagem por *spray drying*, a medida de a_w foi realizada apenas no final do processo, visto que o método não permite acesso à amostra sem que seja desligado o equipamento (Perrone, Simeão, Júnior, Stephani, & Carvalho, 2013).

Além disso, para que fosse possível a comparação entre os dois métodos de secagem, a sonda do termohigrômetro HygroPalm22-A (Rotronic[®], Bassersdorf, Suíça) foi posicionada nos dois secadores utilizados nos dois métodos de secagem para monitorar a temperatura (°C), umidade relativa (%) e umidade absoluta (kg de água/kg de ar seco) no ar de entrada e saída, de acordo com Schuck, Mejean, Dolivet, & Jeantet (2005).

Na Figura 1 está demonstrado o fluxograma do processo de secagem do concentrado proteico de soro de leite adicionado de extrato de cúrcuma (CWPC) por meio da secagem *spray drying* (SD) e leito de espuma (LE) .

2.3.1 Desenvolvimento de CWPC por *spray drying*

O procedimento de secagem foi conduzido em *spray dryer* modelo MSDi 1.0 (Labmaq[®] do Brasil) equipado com um bico de pulverização de 1 mm de diâmetro. As taxas de ar e de fluxo de produto, bem como a temperatura do ar foram definidas mediante testes iniciais, seguindo a metodologia proposta por Perrone et al. (2013). Em um béquer de plástico, foi pesado o retentado, sendo adicionado a ele o extrato de cúrcuma (105 mg curcumina para uma porção de 30 g de CWPC), sendo considerado um rendimento de 6 a 6,5 %, em média, depois de seco (Moreira et al., 2017). A vazão utilizada na secagem foi de 1 kg/h, sendo a amostra seca a 45 °C. Após este período de secagem, o material seco foi removido do equipamento com auxílio de espátulas de plástico. Em seguida, foi acrescido para cada 3 g de CWPC 1 g do aroma artificial em pó de abacaxi. O pó foi armazenado em embalagens plásticas, envolvidas com papel alumínio e armazenadas em *freezer* a $-18 \text{ °C} \pm 1 \text{ °C}$.

2.3.2 Desenvolvimento de CWPC por secagem em leito de espuma

Inicialmente, pesou-se o retentado, sendo adicionado a ele o extrato de cúrcuma (3,6 mg curcumina para uma porção de 30 g de CWPC), sendo considerado um rendimento de 6 a 6,5%, em média, depois de seco (Moreira et al., 2017). Em seguida adicionou-se 8% do agente emulsificante (informações do fabricante: composto por 20 % de carboidratos e 26 % lipídios) em relação ao peso do soro de leite fluido (De Paula, 2015). Com o auxílio de uma batedeira doméstica (Philips Wallita[®]), a mistura foi homogeneizada por 20 minutos, na velocidade máxima, até a obtenção de uma espuma consistente.

A espuma obtida foi disposta em bandejas de alumínio cobertas com papel manteiga, e colocada em desidratador de alimentos modelo PD-15 (Polidryer[®]) com circulação de ar, na temperatura de 70 °C (Cruz, 2013). As bandejas foram mantidas no equipamento até o momento em que toda a espuma fosse convertida em pó (9 horas, em média). Neste momento, o material seco foi removido das bandejas com auxílio de espátulas de plástico. Em seguida, foi acrescido para cada 3 g de CWPC 1 g do aroma artificial de abacaxi. O pó foi armazenado em embalagens plásticas, as quais foram envolvidas com papel alumínio e armazenadas em *freezer* a -18 °C ± 1°C.

2.4 Análise de vitaminas, carotenoides e compostos bioativos

As análises foram realizadas nas seguintes amostras: CWPC-SD, CWPC-LE e controle (mistura do soro de leite fluido, acrescido do extrato de cúrcuma e do aroma de abacaxi na mesma quantidade adicionada nos CWPCs desenvolvidos). A curcumina não foi analisada no soro fluido, por este produto não ser fonte deste composto. A riboflavina foi analisada apenas nas amostras de origem animal, por serem consideradas maiores fontes desta vitamina. As análises foram realizadas com as amostras em base úmida, em quadruplicatas.

2.4.1 Vitamina C (ácido ascórbico)

As condições utilizadas para extração e análise do ácido ascórbico (AA) foram as otimizadas por Campos, Ribeiro, Della Lucia, Pinheiro-Sant'Ana, & Stringheta (2009). A análise foi realizada por cromatografia líquida de alta eficiência (CLAE) com detecção por arranjo de diodos (DAD).

2.4.2 Carotenoides

A ocorrência e concentração de carotenoides (alfa-caroteno e beta-caroteno) foram investigadas. Os carotenoides foram extraídos segundo Rodriguez-Amaya (2001) e analisados segundo Pinheiro-Sant'Ana, Stringheta, Brandão, & Azeredo (1998), utilizando-se CLAE com detecção por arranjo de diodos.

2.4.3 Curcumina

A curcumina foi extraída por meio da metodologia da NBR 13624 (Lara, 1984). A absorvância foi medida em espectrofotômetro Evolution 60S, Thermo Scientific[®], EUA em comprimento de onda de 540 nm.

2.4.4 Riboflavina

A determinação de riboflavina foi realizada segundo o método proposto por Bianchini & Penteado (2000), por CLAE com detecção por fluorescência.

2.4.5 Determinação dos compostos fenólicos totais e capacidade antioxidante

2.4.5.1 Obtenção dos extratos

Para preparo dos extratos, foram utilizados 2 g das amostras em base úmida (para os pós pesou-se 1,78 g de água destilada e 0,22 g de amostra em pó), os quais foram adicionados de 20 mL de solução de extração composta de acetona: água (70:30 v/v), sendo a mistura submetida à agitação em banho metabólico (DUBNOFF[®] modelo MA-

093) (180 rpm, por 15 minutos). As amostras foram centrifugadas (Multi-purpose® centrifuge, NF 1200/1200R, 14000 rpm, por 15 minutos). As frações do sobrenadante foram filtradas em papel de filtro e os volumes completados para 20 mL com acetona 70%. Os extratos foram armazenados em frascos âmbar e armazenados em *freezer* a $-18\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$. Alíquotas dos extratos foram utilizadas para a estimativa de fenólicos totais e capacidade antioxidante (Bloor, 2001).

2.4.5.2 Estimativa da concentração de fenólicos totais

A concentração de fenólicos totais foi estimada utilizando o reagente de Folin-Ciocalteu (Singleton, Orthofer, & Lamuela-Raventos, 1999). A absorbância foi lida em espectrofotômetro (Thermo Scientific®, Evolução 60S, EUA), em comprimento de onda de 765 nm. Os resultados foram expressos em miligramas de equivalentes de ácido gálico por grama de amostra (mg GAE/100 g).

2.4.5.3 Determinação da capacidade antioxidante

A atividade de retirada de radical (ARR) das amostras foi determinada utilizando o método do radical DPPH (1,1-difenil-2-picril-hidrazil) (Bloor, 2001). A absorbância foi lida em espectrofotômetro (Thermo Scientific®, Evolution 60S, EUA) a 517 nm. A atividade antirradical (AAR) foi expressa em mmol de equivalente de trolox/100 g de amostra (mmol trolox/100 g) (Bloor, 2001).

2.5 Análise da composição centesimal

A caracterização das amostras foi realizada de acordo com a AOAC (2012), em triplicata. O teor de umidade foi determinado, em triplicata, pelo método gravimétrico a $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ até peso constante. O método método 991.20 ($N \times 6,38$) foi utilizado para determinação da proteína, já a lactose foi avaliada pelo método ISO 22662/ IDF198

(BRASIL, 2017), lipídios, pelo método 989.05 (AOAC, 2012) e cinzas, pelo método 942.05 (AOAC, 2012). Os resultados foram expressos em base seca.

2.6 Determinação de elementos químicos

A digestão nitroperclórica dos elementos químicos seguiu a metodologia de Sarruge & Haag (1974). A determinação do fósforo (P) ocorreu por calorimetria pelo método do ácido ascórbico (Braga & Defelipo, 1974); o potássio (K) por fotometria de chama; e o enxofre (S) por turbidimetria (Alvarez, Dias, Ribeiro, Souza, & Fonseca, 2001). Os demais elementos químicos (cálcio-Ca, Magnésio-Mg, enxofre-S, cobre-Cu, ferro-Fe, zinco-Zn, manganês-Mn, sódio-Na, cromo-Cr) foram determinados por espectrometria de emissão óptica em plasma indutivamente acoplado (ICP-OES).

As curvas analíticas dos elementos químicos foram realizadas utilizando concentrações crescentes e conhecidas da solução de padrão multi elementar (SPME), de acordo com a concentração esperada. Os resultados foram expressos em dag/kg (base seca), com posterior transformação para mg/100 g.

2.7 Análise estatística dos dados

O delineamento experimental foi em blocos casualizados (DBC). A normalidade dos dados foi avaliada pelo teste de *Shapiro Wilk*. Para comparar a concentração de vitaminas e compostos bioativos nos dois CWPC desenvolvidos (*spray drying* e leito de espuma) os dados foram analisados por ANOVA, seguida pelo teste de *Dunnet* ($\alpha = 0,05$). As análises estatísticas foram realizadas utilizando o programa SPSS versão 20.0.

3. Resultados e discussão

3.1 Concentração de vitaminas e compostos bioativos nos produtos desenvolvidos

Não houve diferença na concentração de AA entre o controle e o CWPC-LE produzido (Tabela 1). Em relação ao CWPC-SD, houve ligeiro aumento da concentração de AA, quando comparado ao controle. No aroma artificial de abacaxi, detectou-se apenas AA (127,53 mg/100 g de amostra).

A vitamina C é a mais degradável quimicamente (termossensível) entre as vitaminas; sua retenção é considerada um índice de manutenção da qualidade nutricional durante o processamento e estocagem (Sucupira, Xereza, & Sousa, 2012; Cunha, Silva, Faria, Costa, & Teodoro, 2014). Visto que o aroma de abacaxi foi adicionado após a secagem do CWPC, a manutenção da concentração de AA nos produtos desenvolvidos e no controle indica que a extração e análise deste composto foram realizadas de maneira eficiente e eficaz. Segundo Miller et al. (2000), em soro de leite em pó há, em média, 0,1 mg/100 g de vitamina C em base úmida. Este valor foi inferior ao encontrado nas amostras analisadas em nosso estudo. Ou seja, em nossas amostras, a maior concentração deste composto pode ser explicada pela adição do aroma artificial de abacaxi (adicionado após as secagens) nos produtos desenvolvidos.

Houve redução da concentração da curcumina nos pós desenvolvidos comparados à mistura controle (soro fluido, extrato de cúrcuma e aroma artificial de abacaxi), com consequente redução de fenólicos totais (Tabela 1), visto a curcumina ser um composto fenólico (Mohajeri et al., 2017; Suzana, 2017) (Tabela 1). Maiores perdas de curcumina foram encontradas no CWPC-LE (40 %) em comparação ao CWPC-SD (24,13 %). As perdas de fenólicos totais foram, respectivamente, de 71,43% (CWPC-LE) e 57,14 % (CWPC-SD) (Tabela 1). Não foram detectados carotenoides e riboflavina nas amostras (Tabela 1).

A ultrafiltração é utilizada para a retenção de macromoléculas e coloides presentes em uma solução e é empregada na indústria de laticínios, entre outras aplicações, para concentrar a fração proteica do soro, a qual fica retida pelas membranas (retentado ou concentrado - fração estudada no presente estudo) (Figura 1). A fração que permeia pelas membranas durante a ultrafiltração é denominada permeado, sendo encontrada nesta fração vitaminas do complexo B e carotenoides. Isso decorre em razão do caráter hidrofílico e da baixa massa molar, o que justifica a não detecção de riboflavina e carotenoides, nas amostras do presente estudo (Yee, Wiley, & Bao, 2007; Damodaran, Parkin & Fennema, 2010; Catarino, Martins, Duarte, Prudêncio, & Pinho, 2013).

A redução de fenólicos totais após secagem por *spray drying* também foi relatada por Lim, Ma, & Dolan (2011) em mirtilo (perdas entre 8,22 e 17,52 %). Em outro estudo (Senica, Veberic, Grabnar, Stampar, & Jakopic, 2016), o efeito da secagem na concentração de compostos bioativos em caqui maduro e firme foi analisado. Verificou-se a redução de compostos fenólicos totais após a secagem no caqui nos dois estágios de maturação, com perdas de 84,4% (caqui firme) e 86,66% (caqui maduro) (Senica, Veberic, Grabnar, Stampar, & Jakopic, 2016), perdas estas maiores do que as verificadas no presente estudo.

A característica antioxidante dos compostos fenólicos os torna suscetíveis à degradação por oxidação, que pode ser influenciada pela presença de oxigênio, luz e calor, explicando as perdas encontradas (Britton, 1992; Davey et al., 2000).

O aumento da capacidade antioxidante foi observado nos CWPCs desenvolvidos pelos dois métodos de secagem (Tabela 1). Esse aumento também foi relatado por Mechlouch et al. (2012) após a comparação entre três métodos de secagem (microondas, secagem ao ar livre e secagem por meio de luz solar direta) para obtenção de tomate de alta qualidade. Isso decorre devido à inativação de peroxidases, que possuem atividade pró-

oxidante, ou pela formação de novos compostos antioxidantes ou, ainda, pela melhora da capacidade antioxidante de compostos naturalmente presentes (Nicoli, Anese, & Parpinel, 1999; Turkmen, Sari, & Velioglu, 2005).

Não foram encontrados, até o momento, outros estudos que avaliaram a concentração de vitaminas, fenólicos totais e capacidade antioxidante em WPC.

De maneira geral, o CWPC-SD demonstrou menores perdas de vitamina C, compostos fenólicos totais e curcumina, demonstrando que o método de secagem utilizado é mais eficiente na produção do CWPC e na preservação desses compostos, provavelmente, em razão do menor tempo e temperatura da partícula empregados no processo.

3.2 Composição centesimal

A análise da composição centesimal foi realizada apenas no produto desenvolvido que apresentou menores perdas nutricionais após os métodos de secagem empregados. Desta forma, esta análise foi realizada apenas no CWPC-SD, que apresentou 52,01 % de lactose, 33,76 % de proteínas, 7,93 % de cinzas, 3,63 % de lipídios e umidade de 4,1 % (dados em base seca). Todos os valores encontrados para a composição centesimal do CWPC-SD estão de acordo com o esperado para WPC segundo as metodologias empregadas pelo *American Dairy Products Institute* (2018), em que o *whey protein concentrate* com 34 % de proteína (WPC-34) deve conter, no mínimo, 33,5 % de proteínas, máximo de 52 % de lactose, até 5 % de gordura láctea, 6,5-8,0 % de cinzas e umidade máxima de 6 % em base seca.

3.3 Elementos químicos

Os elementos químicos mais abundantes no CWPC-SD (dados expressos em base seca) foram o K (1025 mg/100 g), P (266,5 mg/100 g), Ca (310 mg/100 g), Na (121

mg/100 g) e Mg (57,5 mg/100 g), achado este que vai de encontro ao descrito por Carvalho (2007) para soro de leite. Nossos achados foram inferiores aos verificados por Baldasso (2008), para soro de leite doce, que encontrou: P (931 mg/100 g); K (2080 mg/100 g); Ca (796 mg/100 g); Mg (176 mg/100 g); Zn (1,97 mg/100 g) e Na (1079 mg/100 g) (dados em base seca). Esta menor concentração de minerais pode ser explicada pela ultrafiltração do soro de leite para obtenção do retentado, visto que este processo promove variação na razão de concentração entre os componentes do soro, devido à retenção de proteína e permeação seletiva de lactose, minerais, água e compostos de baixa massa molar (Baldasso, Barros, & Tessaro 2011). São escassos na literatura estudos que avaliaram a composição mineral em WPC, o que demonstra o pioneirismo do presente estudo.

Ressalta-se, ainda, que não foram encontrados metais pesados (níquel, chumbo e cádmio) na amostra analisada. A ingestão de metais pesados é tóxica ao organismo, sendo bio-acumulativos, levando, em longo prazo, a efeitos adversos à saúde humana, além de possuírem efeito de intoxicação prolongada ou crônica e alterações neurológicas diversas (Rocha, 2009).

3.4 Estimativa do potencial de contribuição do CWPC-SD quanto ao atendimento às recomendações de nutrientes para adultos na faixa etária de 19 a 59 anos de idade

Os alimentos podem ser classificados como "fontes" de algum nutriente quando suprem de 5 a 10 % das *Dietary Reference Intake* (DRI), como "boas fontes" quando suprem de 10 a 20 % da DRI e como "excelentes fontes", quando atendem mais de 20 % da DRI (Philippi, 2008).

O CWPC-SD desenvolvido pode ser considerado fonte de potássio e cálcio, boa fonte de fósforo e excelente fonte de vitamina C. Além disso, pode ser fonte de magnésio para mulheres (Tabela 2). Em relação aos macronutrientes, pode ser considerado boa fonte

de carboidratos. Além disso, pode ser considerado boa fonte de proteínas para homens e excelente fonte para mulheres (Tabela 2).

O produto desenvolvido fornece 3,0 mg de curcumina por porção de *whey protein* (30 g-1 *scoop*), o que corresponde a 2,9 % da ingestão diária adequada (IDA) média de 105 mg de curcumina/dia. Portanto, não pode ser considerado fonte de curcumina. Entretanto, ressalta-se que a IDA para este composto corresponde a uma faixa de ingestão de 0-3 mg/kg de peso corporal/dia (WHO, 2004), ou seja, qualquer ingestão acima de zero pode ser considerada benéfica, visto a cúrcuma não ser considerada um alimento de consumo habitual para os brasileiros (Cecílio-Filho et al., 2000).

A contribuição do CWPC-SD para os demais elementos químicos foi pouco expressiva, não alcançando a recomendação mínima de 5 % por porção para ser considerada fonte desses nutrientes.

4. Conclusão

A vitamina C foi preservada em ambos os CWPC (SD e LE) desenvolvidos. O aumento da capacidade antioxidante total foi observado em ambos os produtos. Não foram detectados carotenoides e riboflavina nas amostras. O CWPC produzido por secagem *spray drying* apresentou composição centesimal característica de WPC. Não foram encontrados elementos químicos classificados como metais pesados nessa amostra.

De maneira geral, o CWPC-SD demonstrou menores perdas de compostos fenólicos e curcumina. Além disso, demonstrou ser fonte de potássio e cálcio, boa fonte de fósforo e excelente fonte de vitamina C. Em relação aos macronutrientes, pode ser considerado boa fonte de carboidratos, boa fonte de proteínas para homens e excelente fonte para mulheres.

Diante do potencial antioxidante e nutricional do CWPC-SD desenvolvido no presente estudo recomenda-se o consumo do produto por praticantes de atividade física.

Fontes de financiamento

Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico - CNPq, à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais (FAPEMIG) e à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pelo apoio financeiro a projetos e bolsas de pesquisa.

Referências

ADPI (American Dairy Products Institute) (2018). Whey Protein Concentrate (WPC) Standard, URL https://www.adpi.org/Portals/0/Standards/WPCStandard_book.pdf. Acessado em 20.12.18.

Agência Nacional De Vigilância Sanitária (ANVISA). (2010) Resolução de Diretoria Colegiada, RDC nº 18, de 27 de abril de 2010. Aprova o Regulamento Técnico o Regulamento Técnico sobre Alimentos para Atletas. Diário Oficial da República Federativa do Brasil. URL http://bvsmms.saude.gov.br/bvs/saudelegis/anvisa/2010/res0018_27_04_2010.html. Acessado em 07.02.19.

Alvarez, V. V. H., Dias, L. E., Ribeiro J. E. S., Souza, R.B., & Fonseca, C. A. (2001) Métodos de análises de enxofre em solos e plantas. Viçosa: Editora UFV.

Alves, M. P., Moreira, R. O., Júnior, P. H. R., Martins, M.C.F., Perrone, I. T., & Carvalho, A.F. (2014). Soro de leite: tecnologias para o processamento de coprodutos. *Revista do Instituto de Laticínios Cândido Tostes*, 69(3), 212-226. <https://doi.org/10.14295/2238-6416.v69i3.341>.

Antunes, A. J. (2003). Funcionalidade de proteínas do soro de leite bovino. São Paulo: Ed. Manole.

Antunes, A. R., Farinã, L. O., Kottwitz, L.B.M. & Passotto, J. A. (2015). Development, chemical and sensory characterization of semi skim yogurt added with whey protein concentrate. *Revista do Instituto Laticínios Cândido Tostes*, 70, 44-54. <https://doi.org/10.14295/2238-6416.v70i1.370>.

Association of Official Analytical Chemists (AOAC). (2012) Official methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists (19th ed.). Gaithersburg:AOAC.

Bacenetti, J., Bava, L., Schievano, A., & Zucali, M. (2018). Whey protein concentrate (WPC) production: Environmental impact assessment. *Journal of Food Engineering*, 224, 139-147. <http://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2017.12.018>.

Baldasso, C. (2008) Concentração, purificação e fracionamento das proteínas do soro lácteo através da tecnologia de separação por membranas. (Dissertação de mestrado. Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS. Brasil.

Baldasso, C., Barros, T. C., Tessaro, I. C. (2011). Concentration and purification of whey proteins by ultrafiltration. *Desalination*, 278, 381-386. <https://doi.org/10.1016/j.desal.2011.05.055>.

Bianchini, R.; Penteado, M.V.C. (2000). Teores de tiamina, riboflavina, e piridoxina, em leites bovinos comercializados na cidade de São Paulo. *Food Science and Technology*, 20, 291-298. <http://dx.doi.org/10.1590/S0101-20612000000300003>.

Bloor, S. J. (2001). Overview of methods for analysis and identification of flavonoids. *Methods in Enzymology*, 335, 3-14. [https://doi.org/10.1016/S0076-6879\(01\)35227-8](https://doi.org/10.1016/S0076-6879(01)35227-8).

Braga, J. M. & Defelipo, B. V. (1974) Determinação espectrofotométrica do fósforo em extrato de solo e plantas. *Revista Ceres*, 21, 73-85.

Brasil (2017). Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Manual de métodos oficiais para análise de alimentos de origem animal. Ministério de Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Secretaria de Defesa Agropecuária. – Brasília.

Britton, G. (1992) Carotenoids. In: Hendry, G. F. (Ed.), Natural foods colorants. (141-182) PP. New York: Blackie.

Campos, F. M., Ribeiro, S., Della Lucia, C., Pinheiro-Sant'Ana, H. M., & Stringheta, P. C. (2009). Optimization of methodology to analyze ascorbic and dehydroascorbic acid in vegetables. *Quimica Nova*, 32, 87-91. <https://dx.doi.org/10.1590/S0100-40422009000100017>.

Cañamares, M. V., Garcia-Ramos, J. V., & Sanchez-Cortes, S. (2006). Degradation of curcumin dye in aqueous solution and on ag nanoparticles studied by ultraviolet-visible absorption and surface-enhanced Raman spectroscopy. *Applied Spectroscopy*, 60, 1386-1391. <http://doi.org/10.1366/000370206779321337>.

Carneiro, J. S.; Minim, V. P. R. (2006). Testes de preferência. In: Minim, V.P.R. Análise sensorial: Estudos com consumidores. (pp 51-65). Viçosa: Editora UFV, 2006.

Carvalho, B. M. A. (2007) Detecção de soro de queijo em leite por espectrofotometria no infravermelho médio. (Dissertação de Mestrado) Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, MG, Brasil.

Catarino, A., Martins, A. P. L., Duarte, E., Prudêncio, E. S., & Pinho, M. N. (2013). Rennet coagulation of sheep milk processed by ultrafiltration at low concentrations factors. *Journal of Food Engineering*, 114, 249-254. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2012.08.013>

Cecílio-Filho, A. B., Souza, R. J., Braz, L. T., Tavares, M. (2000). Cúrcuma: planta medicinal, condimentar e de outros usos potenciais. *Ciência Rural*, 30, 171-175. <http://doi.org/10.1590/S0103-84782000000100028>.

Cheison, S. C., & Kulozik, U. (2017). Impact of the environmental conditions and substrate pre-treatment on whey protein hydrolysis: A review. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 57, 418-453. <http://doi.org/10.1080/10408398.2014.959115>.

Chin, S. F., Iyer, K. S., Saunders, M., St. Pierre, T. G., Buckley, C., Paskevicius, M., & Raston, C. L. (2009). Encapsulation and sustained release of curcumin using superparamagnetic silica reservoirs. *Chemistry—A European Journal*, 15, 5661-5665. <http://doi.org/10.1002/chem.200802747>.

Chong, C. H., & Law, C. L. (2011) Drying of Exotic Fruits. In: Jangam, S.V., Law, C.L. & Mujumdar, A. S. (2th. Ed.) Vegetables and Fruits. Singapore.

Costa, R. B., Gazim, Z. C., Iwanaga, C. C., Golçalves, J. E., Bernuci, K. Z., Cortez, D. A. G. (2015, Junho) Análise química e avaliação da atividade antioxidante do óleo essencial dos rizomas da Curcuma Zedoria (Zingiberaceae). Apresentado no 17º workshop de Plantas Medicinais do Mato Grosso do Sul/7º Empório da Agricultura Familiar.

Cruz, W. F. (2013). Obtenção de polpa de goiaba (*Psidium guajava L.*) em pó pelo método de secagem em camada de espuma. (Dissertação de mestrado). Universidade Federal de Viçosa. Viçosa, MG. Brasil.

Cunha, K. D., Silva, P. R., Faria, A. L., Costa, S. F., & Teodoro, A. J. (2014). Estabilidade de ácido ascórbico em sucos de frutas frescos sob diferentes formas de armazenamento. *Brazilian Journal Food Technology*, 17, 139-145. <http://dx.doi.org/10.1590/bjft.2014.016>.

Damodaran, S., Parkin, K.L., & Fennema, O.R. (2010). *Química de alimentos de Fennema*. Porto Alegre: Artmed.

Dar, O. A.; Malik, M. A.; Shahid-ul-islam; Gull, P.; Hashmi, A. A. Curcumin and Its Derivatives-Isolation, Synthesis, and Applications. *Plant-Based Natural Products: Derivatives and Applications*, p.145-174, 2017. <https://doi.org/10.1002/9781119423898.ch8>.

Davey, M. W., Montagu, M. V., Inze, D., Sanmartin, M., Kanellis, A., Smirnoff, N. & Fletcher, J. (2000). Plant L-ascorbic acid: chemistry function metabolism bioavailability and effects of processing. *Journal Science of Food and Agriculture*, 80, 825-860. [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1097-0010\(20000515\)80:7<825::AID-JSFA598>3.0.CO;2-6](https://doi.org/10.1002/(SICI)1097-0010(20000515)80:7<825::AID-JSFA598>3.0.CO;2-6).

Davies, R., Carson, B., & Jakeman, P. (2018). The effect of whey protein supplementation on the temporal recovery of muscle function following resistance training: A systematic review and meta-analysis. *Nutrients*, 10, 1-10. <http://doi.org/10.3390/nu10020221>.

De Paula, R. R. (2015). Estudo da cinética e influência dos métodos de secagem sobre as propriedades físico químicas de soro de leite. (Dissertação de mestrado). Universidade Federal do Espírito Santo, Alegre, ES. Brasil.

Habert, A. C. (2006). *Processos de separação por membranas*. (1th ed.) Rio de Janeiro: e-papers.

Hammerschmidt, P. A. & Pratt, D. E. (1978). Phenolic antioxidants of dried soybeans. *Journal of Food Science*, 43, 556-559. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1978.tb02353.x>

Institute of Medicine (IOM) (2011). *Dietary Reference Intakes for Calcium and Vitamin D*. Washington, D.C., National Academy Press.

Institute of Medicine (IOM) (2001). Dietary Reference Intakes for Vitamin A, Vitamin K, Arsenic, Boron, Chromium, Copper, Iodine, Iron, Manganese, Molybdenum, Nickel, Silicon, Vanadium, and Zinc. Washington, D.C., National Academy Press.

Institute of Medicine (US) (2005). Dietary Reference Intakes for energy, carbohydrate, fiber, fat, fatty acids, cholesterol, protein, and amino acids (macronutrients). Washington:National Academies Press.

Konkel, F. E., Oliveira, S. M. R., Simões, D.R.S., & Demiate, I. M. (2010). Avaliação sensorial de doce de leite pastoso com diferentes concentrações de amido. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, 24, 249-254. <http://dx.doi.org/10.1590/S0101-20612004000200015>.

Lara, W. H. (1984). Corantes naturais para fins alimentícios—padrões de identidade e qualidade. Monografia, Instituto Adolfo Lutz, São Paulo, S.P. Brasil.

Lim, K., Ma, M., & Dolan, K. D. (2011). Effects of Spray Drying on Antioxidant Capacity and Anthocyanidin Content of Blueberry By-Products. *Journal of Food Science*, 76, 156-164. <https://doi.org/10.1111/j.1750-3841.2011.02286.x>.

Mechlouch, R. F., Elfalleh, W., Ziadi, M., Hannachi, H., Chwikhi, M., Aoun. A.B., & I Elakesh, I. (2012). Effect of Different Drying Methods on the Physico-Chemical Properties of Tomato Variety 'Rio Grande'. *International Journal of Food Engineering*, 8, 1-13. <https://doi.org/10.1515/1556-3758.2678>.

Miller, G.D., Jarvis, J.K., McBean, L.D. Handbook of Dairy Products and Nutrition, 2nd Ed., CRC Press LLC, Illinois, 2000.

Mohajeri, M., Behnam, B., Cicero, A. F., & Sahebkar, A. (2017). Protective effects of curcumin against aflatoxicosis: A comprehensive review. *Journal of Cellular Physiology*, 233, 3552-3577. <http://doi.org/10.1002/jcp.26212.a>.

Morais, N.R.L., Oliveira-Neto, F.B., Melo, A.R., Bertini, L.M., Silva, F.F.M. & Alves, L.A. (2016). Prospecção fitoquímica e avaliação do potencial antioxidante de *Cnidocolus phyllacanthus* (müll. Arg.) Pax & k.hoffm. Oriundo de apodi – RN. *Revista Brasileira de Plantas Medicinai*s, 18(1), 180-185. https://dx.doi.org/10.1590/1983-084X/15_058.

Moreira, R. O., Rodrigues-Júnior, P. H., Francisquini, J. A., Stephani, R., Perrone, I. T., & Carvalho, A. F. (2017). Produção de concentrado proteico de soro em escala piloto: aspectos tecnológicos. *Revista do Instituto De Laticínios Cândido Tostes*, 72, 205-214. <https://doi.org/10.14295/2238-6416.v72i4.646>.

Nicoli, M. C., Anese, M., & Parpinel, M. (1999). Influence of processing on the antioxidant properties of fruit and vegetables. *Trends in Food Science & Technology*, 10, 94-100. [https://doi.org/10.1016/S0924-2244\(99\)00023-0](https://doi.org/10.1016/S0924-2244(99)00023-0).

Oliveira, M. A., Zucareli, C., Spolaor, L.T., Domingues, A. R., & Ferreira, A. S. (2012). Composição química dos grãos de milho em resposta à adubação mineral e inoculação com rizobactérias. *Revista Ceres*, 59, 709-715. <http://dx.doi.org/10.1590/S0034-737X2012000500018>.

Patel, S. (2015). Functional food relevance of whey protein: A review of recent findings and scopes ahead. *Journal of Functional Foods*, 19, 308-319. <http://doi.org/10.1016/j.jff.2015.09.040>.

Perrone, I. T., Simeão, M., Júnior, P. H. R., Stephani, R. & Carvalho, A. F. (2013). Influence of pilot spray dryer settings on moisture and water activity of whole milk

powder. *Revista do Instituto De Laticínios Cândido Tostes*, 68, 5-9.
<http://doi.org/10.5935/2238-6416.20130029>.

Pflanzer, S. B., Cruz, A. G., Hatanaka, K. L., Mamede, P. L., Cadena, R., Faria, J. A. F. & Silva, M. A. A. P. (2010). Perfil sensorial e aceitação de bebida láctea achocolatada. *Food Science and Technology*, 30(2), 391-398. <https://dx.doi.org/10.1590/S0101-20612010000200016>.

Philippi, S. T. (2008) Pirâmide dos alimentos: princípios básicos da nutrição. Nutrição e Técnica dietética. Barueri: Manole.

Pinheiro-Sant'ana, H. M., Stringheta, P. C., Brandão, S. C. C. & Azeredo, R. M. C. (1998). Carotenoid retention and vitamin A value in carrot (*Daucus carota* L.) prepared by food service. *Food Chemistry*, 61, 145-151. [https://doi.org/10.1016/S0308-8146\(97\)00084-8](https://doi.org/10.1016/S0308-8146(97)00084-8).

Powers, S. K.; Talbert, E. E.; Adhietty, P. J. (2011). Reactive oxygen and nitrogen species as intracellular signals in skeletal muscle. *The Journal of Physiology*, 589, 2129-2138. <https://doi.org/10.1113/jphysiol.2010.201327>.

Reis, R. C.; Minim, V. P. R. (2006) Testes de aceitação. In: Minim, V.P.R. Análise sensorial: Estudos com consumidores. (pp.68-83). Viçosa: Editora UFV.

Ricardo, N.G. (2014). Desenvolvimento e caracterização de leite fermentado com Viili adicionado de *Curcuma longa*. (Dissertação de mestrado) Universidade Estadual de Londrina, Londrina, PR, Brasil.

Rocha, A. F. (2009). Cádmio, chumbo, mercúrio: a problemática destes metais pesados na Saúde Pública. (Dissertação de Mestrado), Universidade do Porto, Porto, Portugal.

Rodriguez-Amaya, D. B. (2001). A guide to carotenoid analysis in foods. Washington: ISLI press.

Rogero, M. M., Tirapegui J., Pedrosa R. G., Castro I. A., Pires I. S. (2006). Effect of L-alanyl-L-glutamine supplementation on the plasma and tissue concentrations of glutamine in rats submitted to exhaustive exercise. *Nutrition*, 22, 564-571. <https://doi.org/10.1016/j.nut.2005.11.002>.

Sarruge, J. R.; Haag, H. P. (1974) Análise química de plantas. Piracicaba: ESALQ.

Schuck, P., Mejean, S., Dolivet, A. & Jeantet, R. (2005). Thermohygro-metric Sensor: A Tool for Optimizing the Spray Drying Process. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 6(1), 45-50. <http://doi.org/10.1016/j.ifset.2004.10.001>.

Senica, M., Veberic, R., Grabnar, J.J., Stampar, F., Jakopic, J. (2016). Selected chemical compounds in firm and mellow persimmon fruit before and after the drying process. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 96, 3140-3147. <https://doi.org/10.1002/jsfa.7492>.

Singleton, V. L., Orthofer, R., & Lamuela-Raventos, R. M. (1999). Analysis of total phenols and other oxidation substrates and antioxidants by means of Folin Ciocalteu reagent. *Methods in Enzymology*, 299, 152–178. [https://doi.org/10.1016/S0076-6879\(99\)99017-1](https://doi.org/10.1016/S0076-6879(99)99017-1).

Sucupira, N. R., Xereza, A. C. P., & Sousa, P. H. M. (2012). Perdas vitamínicas durante o tratamento térmico de alimentos. (2012). *Journal of Health Sciences*, 14, 121-128.

Suzana, M. C. (2017). Curcumina: propriedades biológicas e aplicações terapêuticas. (Dissertação de mestrado). Universidade de Lisboa, Lisboa, Portugal.

Teba, C. D., Silva, E. M., Chávez, D.W., Carvalho, C. W., & Ascheri, J. L. (2017). Effects of whey protein concentrate, feed moisture and temperature on the physicochemical characteristics of a rice-based extruded flour. *Food Chemistry*, 228, 287-296. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.01.145>.

Turkmen, N., Sari, F., & Velioglu, Y. S. (2005). The effect of cooking methods on total phenolics and antioxidant activity of selected green vegetables. *Food Chemistry*, 93, 713-718. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2004.12.038>.

World Health Organization (WHO) (2018). Evaluation of certain food additives. Geneva, 2004. http://apps.who.int/iris/bitstream/10665/42849/1/WHO_TRS_922.pdf. Acesso em 20, dezembro.

Yee, K. W. K., Wiley, D. E. & Bao, J. (2007). Whey Protein Concentrate Production By Continuous Ultrafiltration: Operability Under Constant Operating Conditions. *Journal of Membrane Science*, 290, 125-137. <https://doi.org/10.1016/j.memsci.2006.12.026>.

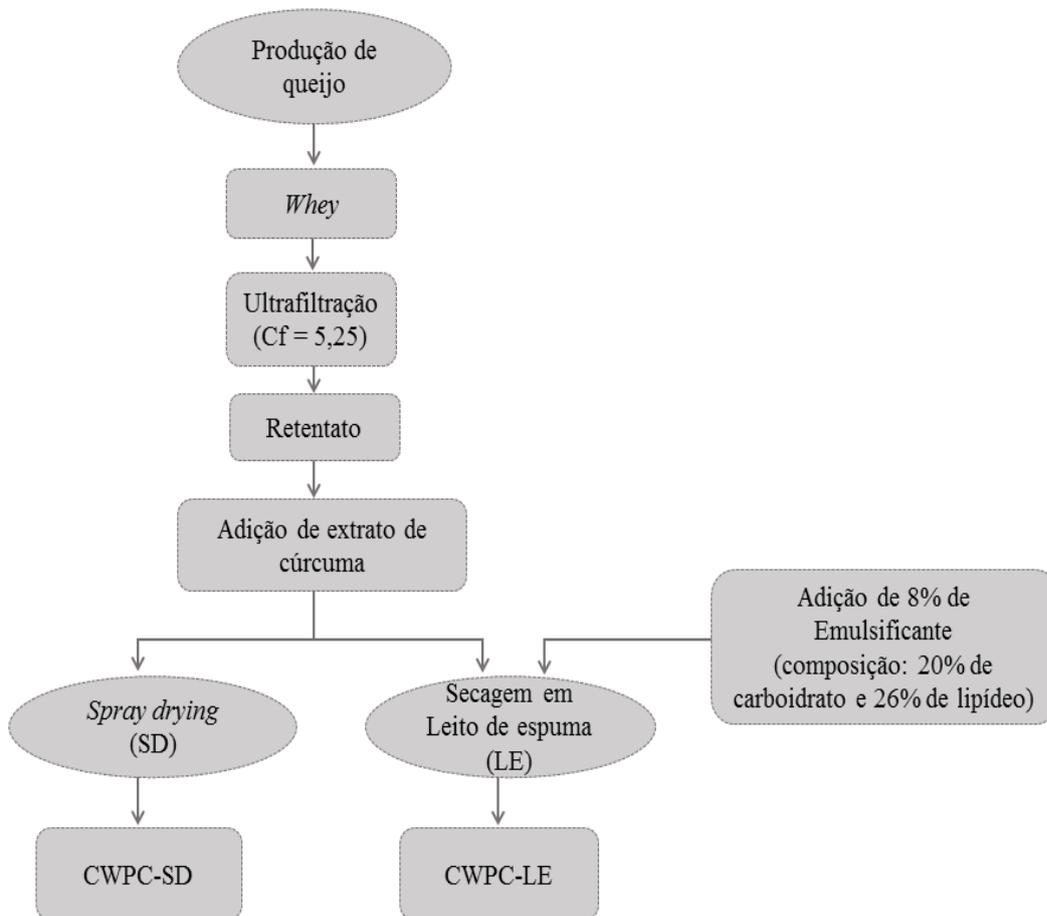


Figura 1-Fluxograma de produção das amostras. Onde Cf: fator de concentração; CWPC-LE: concentrado proteico de soro de leite adicionado de extrato de cúrcuma por meio de secagem em leite de espuma; CWPC-SD: concentrado proteico de soro de leite adicionado de extrato de cúrcuma por meio de secagem *spray drying*.

Tabela 1. Ocorrência e concentração de vitamina C, carotenoides, riboflavina, curcumina, compostos fenólicos totais e capacidade antioxidante dos concentrados proteicos de soro de leite adicionados de extrato de cúrcuma secos por secagem *spray dryer* e leite de espuma, em base úmida.

Compostos	Amostras				
	Controle	CWPC-LE	% de perdas	CWPC-SD	% de perdas
Vitamina C (mg de AA/100 g)	11,42 ± 0,23 ^B	11,49 ± 0,93 ^{Ba}	-	12,50 ± 0,47 ^{Aa}	-
Carotenoides	nd	nd	-	nd	-
Riboflavina (mg/100 g)	nd	nd	-	nd	-
Curcumina (mg/100 g)	1,45 ± 0,03 ^A	0,87 ± 0,12 ^{Bb}	40,0	1,10 ± 0,22 ^{Ba}	24,13
Fenólicos totais (mg GAE/100 g)	7,00 ± 0,00 ^A	2,00 ± 0,00 ^{Bb}	71,43	4,00 ± 0,01 ^{Ba}	57,14
Capacidade antioxidante (mmol trolox/100 g)	6,00 ± 0,00 ^B	123,00 ± 0,29 ^{Ab}	-	182,00 ± 0,39 ^{Aa}	-

*Média± desvio padrão de quadruplicatas. Médias seguidas de mesma letra minúscula nas linhas não diferem pelo Teste-t.

Médias seguidas de mesma letra maiúscula nas linhas não diferem pelo Teste de Dunnet (p <0,05). AA: ácido ascórbico; Controle: soro fluido, acrescido de extrato de cúrcuma e aroma de abacaxi; CWPC-SD: concentrado proteico de soro de leite adicionado de cúrcuma obtido por *spray dryer*; CWPC-LE: concentrado proteico de soro de leite adicionado de cúrcuma obtido por leite de espuma; GAE: equivalentes de ácido gálico; nd: não detectado.

Tabela 2. Potencial de contribuição do CWPC-SD para o suprimento das recomendações diárias de nutrientes para mulheres e homens na faixa etária de 19 a 59 anos.

Nutrientes	CWPC-SD Porção de 100 g	% de contribuição ^a		CWPC-SD Porção de 30 g (1 <i>scoop</i>)	% de contribuição ^a	
		Mulheres	Homens		Mulheres	Homem
Carboidratos	52 g	40	40	15,6 g	12	12
Proteínas	33,8 g	73,5	60,4	10,14 g	22	18,1
Lipídios	3,6 g	8,2	8,2	1,08 g	2,5	2,5
Vitamina C	113,64 mg	151,5	126,3	34,1 g	45,5	37,9
Curcumina^b	10 mg	9,5	9,5	3,0 mg	2,9	2,9
Fósforo	266,5 mg	38,1	38,1	79,95 mg	11,4	11,4
Potássio	1025 mg	21,8	21,8	307,50 mg	6,5	6,5
Cálcio	310 mg	31*	31	93,00 mg	9,3*	9,3
Magnésio	57,5 mg	17,97**	13,7**	17,25 mg	5,4**	4,1**
Cobre	0,02 mg	2,2	2,2	0,01 mg	1,1	1,1
Ferro	0,91 mg	5,1*	11,4	0,27 mg	1,5*	3,4
Zinco	0,19 mg	2,4	1,7	0,06 mg	0,8	0,6
Manganês	nd	-	-	nd	-	-
Sódio	121 mg	8,1*	8,1*	36,3 mg	2,4*	2,4*
Cromo	nd	-	-	nd	-	-

^a% de contribuição calculado com base nas *Recommended Dietary Allowance* para adultos com idade entre 19 e 59 anos (*Institute of Medicine*, 2001,2005, 2011).

^bCurcumina: baseou-se na IDA média de 1,5 mg/kg de peso/dia(considerando um indivíduo de 70 kg) (WHO, 2004).

*Faixa etária de 19-50, utilizada para cálculo do percentual de contribuição de cálcio e ferro (para mulheres).

**Faixa etária de 31-70, utilizada para cálculo do percentual de contribuição de sódio para homens e mulheres.

CWPC-SD: concentrado proteico de soro de leite adicionado de cúrcuma obtido por *spray dryer*; nd: não detectado.

5.2 ARTIGO 2

CONCENTRADO PROTEICO DE SORO DE LEITE ADICIONADO DE EXTRATO DE CÚRCUMA APRESENTA BOAS CARACTERÍSTICAS NUTRICIONAIS SEM ALTERAÇÃO DE CARACTERÍSTICAS MORFOLÓGICAS E ESTRUTURAIAS

Jaqueline Vieira Piovezana Gomes^a, Lívyá Alves de Oliveira^a, Júlia d'Almeida Francisquini^b, Rodrigo Stephani^c, Ítalo T. Perrone^d, Antônio F. de Carvalho^b e Ceres Mattos Della Lucia^{a*}.

^aDepartamento de Nutrição e Saúde- Universidade Federal de Viçosa(UFV), Viçosa, MG, Brasil.

^bDepartamento de Tecnologia de Alimentos-Universidade Federal de Viçosa (UFV), Viçosa, MG, Brasil.

^cDepartamento de Química–Universidade Federal de Juiz de Fora (UFJF), Juiz de Fora, MG, Brasil.

^dFaculdade de Farmácia - Universidade Federal de Juiz de Fora (UFJF), Juiz de Fora, MG, Brasil.

*Autor correspondente: Ceres Mattos Della Lucia. ^aDepartamento de Nutrição e Saúde, Universidade Federal de Viçosa (UFV), Avenida Peter Henry Rolfs - Campus Universitário. 36571-000 – Viçosa, MG, Brasil.Tel.: + 55 (31) 3612-5197.

E-mail: cmdellalucia@ufv.br

**A ser submetido ao *LWT*- Food Science and Technology.

RESUMO

Objetivou-se obter um concentrado proteico de soro de leite (WPC) adicionado de extrato de cúrcuma por *spray dryer* (CWPC) e caracterizar seus atributos tecnológicos. A análise da morfologia e da distribuição do tamanho de partículas das amostras foi realizada por meio de microscopia eletrônica de varredura e por analisador de difração a *laser* acoplado ao módulo de análise líquida. A colorimetria foi avaliada conforme a escala CIELa*b*. Os espectros Raman foram obtidos por espectrômetro FT-Raman. Os produtos obtidos, WPC e CWPC, apresentaram morfologia esférica, particulada com pontos de aglomeração. A adição de extrato de cúrcuma não modificou a estrutura dos pós (d_{10} e d_{90}). O CWPC apresentou direcionamento para a coloração amarela. As isotermas de sorção indicaram não haver diferença no formato da curva e que ambos absorvem a mesma magnitude de água. A presença do extrato de cúrcuma no CWPC modificou o espectro Raman do WPC. Deste modo, foi possível desenvolver um CWPC com maior qualidade nutricional, sem que fossem alteradas as características morfológicas, estruturais e o estado amorfo do WPC.

Palavras chave: secagem de alimentos; morfologia; isoterma de sorção; espectroscopia Raman.

Abreviações

Cf fator de concentração

CWPC concentrado proteico de soro de leite adicionado de extrato de cúrcuma

d diâmetro

IDA ingestão diária aceitável

NF- κ B fator nuclear kappa B

WPC concentrado proteico de soro de leite

SD *spray dryer*

ABSTRACT

We aimed to obtain a whey protein concentrate (WPC) added with turmeric by spray dryer (TWPC) and characterize its technological attributes. The morphology and particle size distribution was performed by scanning electron microscopy and by laser diffraction analysis coupled to the liquid analysis module. Colorimetry was evaluated according to CIELa*b* scale. The Raman spectra were obtained by FT-Raman spectrometer. The products obtained, WPC and TWPC, showed spherical, particulate morphology with agglomeration points. The addition of turmeric extract did not modify the structure of the powders (d_{10} and d_{90}). TWPC showed targeting for yellow coloration. The sorption isotherms indicated there was no difference in the shape of the curve and both absorbed the same magnitude of water. The presence of turmeric extract in TWPC modified the WPC Raman spectrum. Thus, it was possible to develop a TWPC with higher nutritional quality, without altering the morphological, structural and amorphous characteristics of WPC.

Keywords: food drying; morphology; sorption isotherm; Raman spectroscopy.

1. INTRODUÇÃO

O concentrado proteico de soro de leite (WPC), conhecido popularmente como *whey protein*, tem sido estudado e inserido na alimentação de atletas e praticantes de atividade física por conter grandes quantidades de aminoácidos de cadeia ramificada (leucina, isoleucina e valina), peptídeos bioativos e cálcio, sendo considerado um produto que apresenta propriedades fisiológicas e funcionais que intensificam a hipertrofia (Patel, 2015; Souza, Palmeira, & Palmeira, 2015; Bergia, Hudson, & Campbell, 2018; Davies, Carson, & Jakeman, 2018).

Estas proteínas têm sido ainda utilizadas como biopolímeros para aumentar a vida de prateleira de moléculas sensíveis e direcionar a liberação de substâncias bioativas/nutricionais para o organismo, pela sua capacidade de formar geis e microcápsulas sob condições de aquecimento relativamente moderadas e sem a necessidade de produtos químicos, sendo um tipo de veículo natural para componentes bioativos (hidrofóbicos e hidrofílicos) para aplicações médicas e alimentares (Awad, Hassan, Farrag, El-Sayed, & Soliman, 2015; Hu, Jiang et al., 2018; Nishanthi, Chandrapala, & Vasiljevic, 2018; Kou, Chen, Li, & Zhou, 2019).

A cúrcuma (*Curcuma longa* L.), da família Zingiberaceae, é uma espécie de planta medicinal nativa da Índia e Sudeste Asiático, sendo popularmente conhecida como açafrão-da-terra, cúrcuma, turmérico, açafrão-da-índia, açafroa e gengibre amarelo (Cañamares, Garcia-Ramos, & Sanchez-Cortes, 2006; Mohajeri, Behnam, Cicero, & Sahebkar, 2017). Possui como seu principal componente fenólico a curcumina que, quimicamente, é um diferuloilmetano [1,7-bis(4-hidroxi3-metoxifenil)-1,6-heptadieno-3,5-diona], constituída por duas moléculas de ácido ferúlico ligadas por uma ponte de metileno formando um β -dicetona (Pereira & Stringheta, 1998; Cañamares, Garcia-Ramos,

& Sanchez-Cortes, 2006; Teymouri, Pirro, Johnston, & Sahebkar, 2016; Mohajeri, Behnam, Cicero, & Sahebkar, 2017).

Seu rizoma tem sido utilizado na indústria alimentícia como corante, aromatizante e como ingrediente no preparo de temperos, produtos processados e em produtos lácteos (Govindarajan, 1980; Apisariyakul, Vanittanakom, & Buddhasukh, 1995; Silva, Bolini, & Antunes, 2004; Ricardo, 2014).

Recentemente, a curcumina começou a ser estudada no meio esportivo devido ao seu potencial antioxidante e anti-inflamatório (Zhao et al., 2015). Entretanto, por ser sensível às condições alcalinas, tratamento térmico, luz, íons metálicos, enzimas, oxigênio e ácido ascórbico, o seu encapsulamento vem sendo realizado com a finalidade de melhorar a solubilidade, estabilidade e biodisponibilidade (Hatcher, Planalp, Cho, Torti, & Torti, 2008; Chin et al., 2009; Dar, Malik, Shahid-ul-Islam, Gull, & Hashmi, 2017).

A espectroscopia Raman oferece possibilidades analíticas para muitas áreas de produção e controle de qualidade, especialmente aquelas que envolvem matrizes lácteas, pode ser utilizada para várias finalidades. Stephani et al. (2017) realizaram uma associação entre espectroscopia Raman e quimiometria e verificaram que esta associação pode ser considerada um método de triagem para análise de rotina ou controle de linha de produção; outros autores, por sua vez, utilizaram estes parâmetros para quantificar a quantidade de lactose em soro em pó (Norgaard et al., 2005).

Diante do exposto, o objetivo do presente estudo foi obter um concentrado proteico de soro de leite adicionado de extrato de cúrcuma por *spray dryer* e caracterizá-lo quanto aos seus atributos tecnológicos a fim de verificar se há manutenção do estado amorfo da lactose.

2. MATERIAS E MÉTODOS

2.1 Obtenção do extrato de cúrcuma e quantificação da curcumina

A cúrcuma foi adquirida de produtores rurais da cidade de Viçosa, MG, Brasil. A coleta das amostras se deu por diferentes pés, para obtenção de uma amostra representativa, sendo utilizado apenas o rizoma para condução deste estudo. O método analítico para obtenção e quantificação da curcumina foi baseado na NBR 13624 (Lara, 1984).

2.1.1 Obtenção do extrato de cúrcuma

O método analítico baseou-se na NBR 13624 (Lara, 1984) que tem como princípio a extração da curcumina com etanol, diluição e leitura espectrofotométrica, descrita a seguir.

A cúrcuma (higienizada e descascada) foi pesada, colocada em uma panela doméstica, e sobre ela foi adicionada água (quantidade suficiente para cobrir a amostra). A cúrcuma foi cozida por 20 minutos, marcados a partir do momento em que a água entrou em ebulição. Finalizada a cocção, o conteúdo da panela foi colocado em um recipiente até que estivesse em temperatura ambiente.

Posteriormente, com o auxílio de um mixer vertical (Black&Decker[®] SB40), triturou-se a cúrcuma cozida, sendo adicionado, aos poucos, álcool 70 % para a extração da curcumina (quantidade suficiente para triturar a amostra). A mistura triturada foi tampada com papel alumínio, e deixada em repouso por 4 horas.

Transcorrido esse período, a mistura (cúrcuma, água e álcool) foi centrifugada (Multi-purpose[®] centrifuge, NF 1200/1200R) a 6000 rpm por 10 minutos. O sobrenadante foi transferido e filtrado a vácuo em funil de Büchner com papel de filtro e o álcool foi evaporado a $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ por 20 minutos, em evaporador rotativo (QUIMIS[®] modelo Q344.1) acoplado à bomba de vácuo (TECNAL[®] modelo TE058). O extrato foi

armazenado em frasco âmbar em *freezer* a $-18^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ para sua utilização na produção do concentrado proteico de soro de leite adicionado de extrato de cúrcuma (CWPC) e para as análises nutricionais e tecnológicas.

2.1.2 Quantificação da curcumina

A curcumina foi extraída por meio da metodologia da NBR 13624 (Lara, 1984). Em balões volumétricos de 100 mL, foram adicionados 0,10 g das seguintes amostras: cúrcuma *in natura*, extrato de cúrcuma e CWPC obtidos por *spray drying*. Nos balões foram adicionados, ainda, 60 mL de ácido acético glacial. Os balões foram tampados com papel alumínio e colocados em banho metabólico (DUBNOFF[®] modelo MA-093) (180 rpm) a 90°C durante 1 hora sob agitação. Em seguida, foram adicionados 2 g de ácido bórico e 2 g de ácido oxálico, sendo os balões mantidos em banho metabólico por mais 10 minutos. Em seguida, foram retirados e deixados em repouso até atingirem a temperatura ambiente. Posteriormente, seus volumes foram completados com ácido acético glacial e foi realizada a homogeneização. Destes balões, foram retirados 5 mL e transferidos para balões volumétricos de 50 mL, sendo seus volumes completados com ácido acético glacial.

A absorvância foi medida em espectrofotômetro Evolution 60S (Thermo Scientific[®], EUA) em comprimento de onda de 540 nm, tendo como branco o ácido acético e os demais reagentes sem adição da amostra.

Para a construção da curva padrão de curcumina, foi dissolvido 0,10 g do padrão de curcumina (Sigma-Aldrich[®]) em ácido acético glacial, em balão de 1000 mL, com auxílio de calor. Desta solução, foram pipetados 0,2; 0,5; 1; 2; 5; 10; 15; 20 e 25 mL em balões de 100 mL, e seus volumes foram completados com ácido acético glacial. As absorvâncias foram lidas em comprimento de onda de 540 nm para a construção da curva analítica.

2.2 Obtenção do concentrado proteico de soro de leite adicionado de extrato de cúrcuma

Foram produzidos um concentrado proteico de soro de leite (WPC) e um concentrado proteico de soro de leite adicionado de extrato de cúrcuma (CWPC) (Figura 1).

O cálculo da quantidade de extrato de cúrcuma a ser adicionada ao WPC foi baseado na ingestão diária aceitável (IDA) de curcumina de 0-3 mg/kg de peso corporal/dia (WHO, 2004).

Foi desenvolvido um produto com adição de 3,6 mg de curcumina (porção de 30 g de *whey protein*). Uma vez que a cúrcuma apresenta sabor forte e pungente (característico), adicionou-se aroma artificial de abacaxi (composição: açúcar, amido de milho, acidulante, aromatizante artificial, corantes artificiais: amarelo tartrazina e amarelo crepúsculo) ao produto desenvolvido, para melhor aceitação. Para cada 3 g de CWPC, foi acrescido 1 g do aroma artificial em pó de abacaxi, quantidade esta calculada de acordo com as orientações da embalagem do produto.

O soro foi ultrafiltrado (ultrafiltrador, GEA[®]) no laticínio Sérvulo, localizado em Senador Firmino – MG, Brasil. O retentado foi seco na Universidade Federal de Viçosa - MG (INOVALEITE – Departamento de Tecnologia de Alimentos), em *spray dryer* (GEA[®], modelo Minor Production) com temperatura do ar de entrada de 180 °C ± 1 °C e temperatura do ar de saída de 85 °C ± 2 °C. Anteriormente à secagem, o retentado foi dividido em duas partes, sendo a primeira parte seca diretamente no *spray dryer* (WPC). Na segunda fração do retentado, foi adicionado o extrato de cúrcuma, com posterior secagem em *spray dryer* para obtenção do concentrado proteico de soro de leite adicionado de extrato de cúrcuma (CWPC).

Em seguida, foram realizadas análises para caracterização do extrato de cúrcuma e dos pós (WPC-controle e CWPC-SD) na Universidade Federal de Juiz de Fora, MG (QUIMTEC/NEEM - Departamento de Química).

2.3 Microscopia eletrônica de varredura

Foi obtida a caracterização da morfologia (imagens x200) da cúrcuma *in natura* e do seu extrato, ambos liofilizados (Labconco[®], FreeZone 2.5 Plus), assim como dos pós (WPC, CWPC) por meio da Microscopia Eletrônica de Varredura (Hitachi[®], TM3000, Hitachi Ltd., Tokyo, Japan).

2.4 Distribuição do tamanho de partícula dos WPC desenvolvidos, reidratados por difração a *laser*

A distribuição do tamanho das partículas foi realizada por meio do analisador de difração a *laser* Beckman Coulter LS 13 320 (Beckman Coulter[®], Miami, FL, EUA) acoplado ao módulo de análise líquida (Aqueous liquid module, Beckman Coulter[®], Miami, FL, EUA). As amostras foram adicionadas na forma líquida (extrato de cúrcuma) e na forma de pó (WPC e CWPC), sem prévia reidratação, lentamente e em quantidades suficientes no reservatório do módulo de análise líquida contendo água a temperatura ambiente visando obter nível de opalescência. Os dados foram coletados na região de 0,375 µm a 2000 µm com tempo de cada coleta estabelecido em 90 segundos, sendo estas coletas realizadas ao longo de cinco diferentes tempos (1,5; 3,0; 4,5; 6,0 e 7,5 minutos).

Os resultados foram obtidos utilizando a aproximação de Fraunhofer visando à observação da solubilidade total. Os dados foram representados pelo % de volume ocupado pelas partículas em função do seu tamanho. Com o *software Beckman Coulter (Particle Characterization)*, versão 5.03, foi realizada a análise estatística dos dados obtidos.

2.5 Análise colorimétrica

A cor dos pós foi mensurada utilizando espectrofotômetro (CM-5, Konica Minolta[®], Osaka, Japão) operando de acordo com a escala CIE $L^*a^*b^*$. O sistema de cores CIE $L^*a^*b^*$ emprega três ordenadas, em que L^* refere-se à luminosidade do objeto avaliado, a^* é a medida do croma no eixo vermelho-verde e b^* fornece a medida do croma no eixo amarelo-azul. Em termos mais compreensíveis, a coordenada L^* representa quanto mais clara ou mais escura é a amostra, com valores variando de 0 (totalmente preta) a 100 (totalmente branca). A coordenada a^* pode assumir valores de -80 (verde) a +100 (vermelha); e a coordenada de cromaticidade b^* pode variar de -50 (azul) a +70 (amarela). O modelo dispositivo de separação espectral foi o de grade de difração planar empregando-se o SCI (*specular component included*), faixa de medição de refletância e comprimento de onda de 360 até 740 nm (Minolta, 2007; Gadonski et al., 2018).

2.6 Isoterma de sorção

A análise de isoterma foi realizada a 25 °C por meio do equilíbrio entre as amostras e diferentes soluções saturadas de sais em dessecadores após 21 dias da entrada das amostras de WPC e CWPC nos dessecadores. Os sais utilizados para o preparo das soluções saturadas e as respectivas atividades de água foram: LiCl (0,112); $KC_2H_3O_2$ (0,226); K_2CO_3 (0,438); $Mg(NO_3)_2$ (0,544); NH_4NO_3 (0,620); NaCl (0,753).

2.7 Espectroscopia Raman

Os espectros Raman do extrato de cúrcuma (líquido), do WPC-Controle, e do CWPC foram obtidos utilizando um espectrômetro FT-Raman (Bruker[®], modelo RFS 100) equipado com detector Ge refrigerado com nitrogênio líquido e um *laser* Nd: YAG com uma linha de excitação a 1064 nm. Um feixe de 90 mW foi focado na amostra. Para todos os espectros, obteve-se uma boa relação sinal / ruído realizando uma média de 512

varreduras, as quais foram coletadas com uma resolução espectral de 4 cm^{-1} . A aquisição dos espectros Raman foi realizada pelo *software* OPUS 6.0 (Almeida et al. 2011).

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Conteúdo de curcumina no extrato de cúrcuma

O extrato de cúrcuma apresentou 12 g de curcumina/100 g de amostra e a cúrcuma (rizoma) apresentou 1,01 g de curcumina/100 g de amostra (dados em base seca). Nossos achados para o rizoma da cúrcuma foram menores que os encontrados por Cecílio-Filho, Souza, Braz, & Tavares (2000), que relataram ter o rizoma da cúrcuma uma concentração de 2,8 a 8 g de curcumina/100 g (em base seca).

Outros autores encontraram entre 2,5 e 5 g de curcumina/100 g de cúrcuma em base seca (Govindarajan, 1980; Deogade, & Ghate, 2015). A composição química encontrada no rizoma da cúrcuma é influenciada por vários fatores tais como: região de plantio, tipo de solo, tipo de plantio, clima, adubação, disponibilidade hídrica, estágio de maturação e época de colheita da cúrcuma (Cecílio-Filho, Souza, Braz, & Tavares 2000; Martins et al., 2011).

Não foram encontrados na literatura estudos que analisaram a concentração de curcumina em extrato de cúrcuma, tornando impossível a comparação dos dados.

3.2. Microscopia eletrônica de varredura e análise colorimétrica

A cúrcuma e seu extrato apresentaram morfologia semelhante entre si (Figura 2-A e 2-B), com partículas não esféricas e aglomeradas, compatível com a morfologia da curcumina (Thorat & Dalvi, 2014). Já os WPC e o CWPC obtidos apresentaram morfologia esférica (irregular), particulada com pontos de aglomeração (interligadas), sem fissuras aparentes (Figura 2-C e 2-D). Estas características são semelhantes a de produtos obtidos por *spray dryer* de único estágio, o que facilita o encapsulamento (Sierra,

Schumann, & Kulozik, 2013; Beran, Drahorad, Vltavsky, Urban, & Laknerova, 2018; Xu et al., 2018). Alves et al. (2017), ao encapsularem extratos de carotenoides de pequi utilizando o mesmo método de secagem, em três diferentes temperaturas de secagem (150, 170 e 190 °C), encontraram as mesmas semelhanças na morfologia. As superfícies irregulares nas partículas esféricas das amostras secas por pulverização podem ser atribuídas ao seu encolhimento durante o processo de secagem (Janiszewska, & Witrowa-Rajchert, 2009). A ausência de fissuras e quebras nas microesferas desempenha papel fundamental na garantia de maior proteção e retenção do extrato microencapsulado (Mendes, 2012). Outra característica importante é a formação de aglomerados, isto é, a ocorrência de pequenas partículas localizadas na superfície de partículas maiores. Esta característica fornece um composto microencapsulado com estabilidade reforçada, pois as partículas externas protegem as internas e, conseqüentemente, os seus pigmentos (Mendes, 2012). A adição do extrato de cúrcuma não alterou a morfologia dos pós, indicando que não ocorreu mudança nas propriedades de adesão entre as partículas, além de não ter ocasionado mudança significativa na tendência à absorção de umidade, fatores que produzem modificações na morfologia dos pós obtidos em *spray dryer* (Torres et al., 2017; Zafar, Vivacqua, Calvert, Ghadiri, & Cleaver 2017; Juarez-Enriquez et al., 2019).

Na Figura 2 também são apresentadas imagens macroscópicas dos pós de WPC (Figura 2-E) e CWPC (Figura 2-F), assim como seus respectivos resultados da análise colorimétrica. O WPC apresentou maior luminosidade (L^*) quando comparado ao CWPC (94,44 e 92,80, respectivamente), indicando que o primeiro é mais claro que o segundo. Na análise da ordenada (a^*), eixo vermelho-verde, o WPC obteve resultado positivo (0,26), inferindo maior direcionamento da cor para o vermelho. Em contrapartida, o CWPC obteve resultado negativo (-5,70), demonstrando maior direcionamento de cor para o verde. Por fim, na análise da ordenada (b^*), eixo amarelo-azul, tanto o WPC (9,15) quanto o CWPC

(35,97) apresentaram resultados positivos, sugerindo direcionamento para o amarelo. Entretanto, destaca-se que o CWPC apresentou maior valor de b^* (35,97), demonstrando ter maior direcionamento para a região amarela. As diferenças dos valores L^* , a^* , b^* entre o WPC e o CWPC são resultado da adição do extrato de curcumina, que é um corante amarelo-laranja natural (Custódio, 2014; Gadonski, Feiber, de Almeida, Naufel, & Schmitt, 2018).

Diante destes resultados, verifica-se que a adição do extrato não alterou as características do WPC, o que permite concluir que a curcumina foi encapsulada. Desta forma, é possível reduzir as interações do núcleo das partículas com fatores ambientais, retardando alterações que podem resultar em perdas dos compostos bioativos do extrato de cúrcuma adicionado ao WPC.

3.3 Distribuição do tamanho de partículas e isortema de sorção dos WPC desenvolvidos

A distribuição do tamanho das partículas no WPC e CWPC indica que a adição de extrato de cúrcuma ao retentado não modificou a estrutura dos pós, uma vez que os tamanhos médios das partículas, d_{10} e d_{90} (Tabela 1), não apresentaram diferença entre si para os tratamentos com e sem adição de cúrcuma. Ressalta-se que o volume de partículas com tamanho inferior a $1\ \mu\text{m}$ (Tabela 1), juntamente com os valores de tamanho médio, d_{10} e d_{90} , indicam que não existe diferença no processo de reidratação dos pós de WPC e CWPC, uma vez que a determinação do volume das partículas foi realizada em módulo líquido.

A curcumina é um agente lipofílico e insolúvel em água por sua natureza hidrofóbica (Chin et al., 2009, Shehzad, Qureshi, Anwar, & Lee, 2017). Desta forma, sua ação biológica em meio aquoso é limitada, devido à baixa solubilidade, estabilidade e biodisponibilidade (Liang et al., 2009; Awad, Hassan, Farrag, El-Sayed, & Soliman, 2015).

A β -lactoglobulina (uma das principais proteínas do leite), por sua vez, possui afinidade com a curcumina, formando um complexo durante o encapsulamento capaz de aumentar sua solubilidade e estabilidade por meio de interações hidrofílicas (Sneharani, Karakkat, Singh, & Rao, 2010; Awad, Hassan, Farrag, El-Sayed, & Soliman, 2015).

Os resultados da análise granulométrica mostram, ainda, que ambas as amostras estão na faixa de diâmetros comumente produzidos pelo processo de *spray drying*, que varia de 10 a 250 μm (Thomas, Scher, Desobry-Banon, & Desobry, 2004). Valores abaixo de 10 μm possuem efeitos negativos sobre a molhabilidade dos pós (Ilari, & Mekkaoui, 2005).

As isotermas de sorção do WPC e do CWPC indicam que não existe diferença no formato da curva e que ambos absorvem a mesma magnitude de água quando expostos a diferentes umidades relativas do ar (Figura 3). Este comportamento possibilita extrapolar que a adição do extrato de cúrcuma ao WPC não afeta a higroscopicidade do pó, podendo, desta forma, manter o mesmo prazo de validade do WPC. De acordo com Koç et al. (2010), isotermas de sorção de umidade dos alimentos fornecem informações críticas que podem ser usadas na previsão do prazo de validade.

Como a curcumina possui baixa solubilidade, pelo seu caráter hidrofóbico, caso ela não estivesse encapsulada, a capacidade de molhabilidade do CWPC desenvolvido seria afetada. Desta forma, é possível afirmar que a adição do extrato de cúrcuma não modificou a estrutura dos pós e não afetou a capacidade de molhabilidade do WPC. Com isso, é possível afirmar que a curcumina foi encapsulada.

3.4 Espectroscopia Raman

O espectro de extrato de cúrcuma demonstra um pico próximo a 1600 cm^{-1} (Figura 4). Este achado corrobora com o encontrado por Mangolim et al. (2014), ao avaliarem por espectroscopia Raman o encapsulamento da curcumina por meio de adição de

oligossacarídeo (β -ciclodextrina), sendo este espectro relacionado a anéis aromáticos. Segundo Kolev et al. (2005), geralmente as bandas entre 880 e 710 cm^{-1} podem ser atribuídas a diferentes movimentos aromáticos e esqueléticos fora do plano COH (o que pode explicar o pico em 880 cm^{-1} no espectro de CWPC).

O perfil espectral Raman, entre 2935 cm^{-1} e 2888 cm^{-1} , corrobora com a literatura, demonstrando claramente algumas características Raman, com bandas espalhadas para as vibrações de estiramento C-H, característicos de WPC demonstrando o estado amorfo da lactose Figura 4-A (Almeida et al., 2011; Stephani et al., 2017). Mudanças na estrutura da lactose constituem a principal modificação física dos pós lácteos e podem levar a outras mudanças durante o armazenamento do produto. A lactose é o componente mais abundante do soro de leite; durante e após a remoção da água por secagem por pulverização, a lactose encontra-se num estado amorfo altamente higroscópico (Stephani et al., 2017). Desta forma, a manutenção de seu estado amorfo no produto desenvolvido era necessária para garantir a qualidade do produto desenvolvido.

A presença de curcumina nos pós de CWPC modificou o espectro Raman do WPC (Figura 4-C). Esta pequena modificação pode ser explicada pelo fato de que, nesta região espectral, do extrato de cúrcuma, observaram-se os grupamentos C-H (Figura 4-B). Portanto, não houve alteração do seu estado amorfo no CWPC, assim, o pó permaneceu encapsulado (Almeida et al., 2011; Mohan, Sreelakshmi, Muraleedharan, & Joseph, 2012; Mangolim et al., 2014; Stephani et al., 2017).

4. CONCLUSÃO

A adição do extrato de cúrcuma não alterou a morfologia dos pós, indicando que não ocorreu mudança nas propriedades de adesão entre as partículas, além de não ter

ocasionado mudança significativa na tendência de absorção de umidade. Portanto, a adição do extrato de cúrcuma ao WPC não afetou a higroscopicidade do pó.

De acordo com a análise colorimétrica, o CWPC apresentou direcionamento para a coloração amarela. A presença de curcumina no CWPC ocasionou pequena modificação do espectro Raman, sem alteração do estado amorfo da lactose. Portanto, conclui-se que a curcumina foi encapsulada podendo, desta forma, ser um potencial produto com ação antioxidante para consumidores de *whey protein*.

Fontes de financiamento

Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico - CNPq, à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais (FAPEMIG) e à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pelo apoio financeiro a projetos e bolsas de pesquisa.

Referências

- Ak, T., & Gülçin, İ. (2008). Antioxidant and radical scavenging properties of curcumin. *Chemico-Biological Interactions*, 174, 27-37. <https://doi.org/10.1016/j.cbi.2008.05.003>.
- Almeida, M. R., Alves, R. S., Nascimbem, L. B. L. R., Stephani, R., Poppi, R. J., & Oliveira, L. F. C. (2010). Determination of amylose content in starch using Raman spectroscopy and multivariate calibration analysis. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 397, 2693–2701. <http://doi.org/10.1007/s00216-010-3566-2>.
- Alves, A. I., Rodrigues, M. Z., Pinto, M. R. M. R., Vanzela, E.S. L., Stringheta, P. C., Perrone, I.T., et al. (2017). Morphological characterization of pequi extract microencapsulated through spray drying. *International Journal of Food Properties*, 1298-130. <http://doi.org/10.1080/10942912.2017.1343344>.

- Apisariyakul, A., Vanittanakom, N., & Buddhasukh, D. (1995). Antifungal activity of turmeric oil extracted from *Curcuma longa* (Zingiberaceae). *Journal of Ethnopharmacology*, *49*, 163-169. [http://doi.org/10.1016/0378-8741\(95\)01320-2](http://doi.org/10.1016/0378-8741(95)01320-2).
- Awad, R. A., Hassan, Z. M. R., Farrag, A. F., El-Sayed, M. M., & Soliman, T. N. (2015). The use of whey protein isolate in microencapsulation of curcumin. *International Journal of Food Nutrition Science*, *4*, 125-131.
- Beran, M., Drahorad, J., Vltavsky, O., Urban, M., & Laknerova, I. (2018). Pilot-Scale Production and Application of Microparticulated Plant Proteins. *Journal Nutritional Food Science*, *8*, 1-8. <http://doi.org/10.4172/2155-9600.1000655>.
- Bergia, R. E., Hudson, J. L., & Campbell, W. W. (2018). Effect of whey protein supplementation on body composition changes in women: a systematic review and meta-analysis. *Nutrition reviews*, *76*, 539-551. <http://doi.org/10.1093/nutrit/nuy017>.
- Cañamares, M. V., Garcia-Ramos, J. V., & Sanchez-Cortes, S. (2006). Degradation of curcumin dye in aqueous solution and on ag nanoparticles studied by ultraviolet-visible absorption and surface-enhanced Raman spectroscopy. *Applied Spectroscopy*, *60*, 1386-1391. <http://doi.org/10.1366/000370206779321337>.
- Cano-Higueta, D. M., Malacrida, C. R., & Telis, V. R. N. (2015). Stability of curcumin microencapsulated by spray and freeze drying in binary and ternary matrices of maltodextrin, gum arabic and modified starch. *Journal of Food Processing and Preservation*, *39*, 2049-2060. <http://doi.org/10.1111/jfpp.12448>.
- Cecílio-Filho, A. B., Souza, R. J., Braz, L. T., Tavares, M. (2000). Cúrcuma: planta medicinal, condimentar e de outros usos potenciais. *Ciência Rural*, *30*, 171-175. <http://doi.org/10.1590/S0103-84782000000100028>.

Chin, S. F., Iyer, K. S., Saunders, M., St. Pierre, T. G., Buckley, C., Paskevicius, M., & Raston, C. L. (2009). Encapsulation and sustained release of curcumin using superparamagnetic silica reservoirs. *Chemistry—A European Journal*, *15*, 5661-5665. <http://doi.org/10.1002/chem.200802747>.

Custódio, H. C. (2014). Estudo do processo de extração das frações volátil e fixa de oleorresina de cúrcuma (*Curcuma Longa* L.). Dissertação, Universidade Federal de Goiás, Goiânia.

Dar, O. A., Malik, M. A., Shahid-ul-Islam, Gull, P., & Hashmi, A. A. (2017). Curcumin and Its Derivatives—Isolation, Synthesis, and Applications. *Plant-Based Natural Products: Derivatives and Applications*, 145-174. <http://doi.org/10.1002/9781119423898.ch8>.

Davies, R., Carson, B., & Jakeman, P. (2018). The effect of whey protein supplementation on the temporal recovery of muscle function following resistance training: A systematic review and meta-analysis. *Nutrients*, *10*, 1-10. <http://doi.org/10.3390/nu10020221>.

Deogade, S., & Ghate, S. (2015). Curcumin: Therapeutic applications in systemic and oral health. *International Journal of Biological & Pharmaceutical Research*.*6*(4), 281–290.

Gadonski, A. P., Feiber, M., de Almeida, L., Naufel, F. S., & Schmitt, V. L. (2018). Avaliação do efeito cromático em resinas compostas nanoparticuladas submetidas a solução café. *Revista de Odontologia da UNESP*, *47*, 137-142. <http://doi.org/10.1590/1807-2577.04318>.

Govindarajan, V. S. (1980). Turmeric – chemistry, technology and quality. *Critical Review in Food Science and Nutrition*, *12*, 199-301. <http://doi.org/10.1080/10408398009527278>.

- Hatcher, H., Planalp, R., Cho, J., Torti, F. M., & Torti, S. V. (2008). Curcumin: from ancient medicine to current clinical trials. *Cellular and Molecular Life Sciences*, *65*, 1631-1652. <http://doi.org/10.1007/s00018-008-7452-4>.
- Hu, Y., Kou, G., Chen, Q., Li, Y., & Zhou, Z. (2019). Protection and delivery of mandarin (*Citrus reticulata* Blanco) peel extracts by encapsulation of whey protein concentrate nanoparticles. *Food Science and Technology*, *99*, 24-33. <http://doi.org/10.1016/j.lwt.2018.09.044>.
- Ilari, J.L., & Laila M. (2005). Physical properties of constitutive size classes of spray-dried skim milk powder and their mixtures. *Le Lait*, *85*, 279-294. <http://doi.org/10.1051/lait:2005029>.
- Janiszewska, E., & Witrowa-Rajchert, D. (2009). The influence of powder morphology on the effect of rosemary aroma microencapsulation during spray drying. *International Journal of Food Science & Technology*, *44*, 2438-2444. <http://doi.org/10.1111/j.1365-2621.2009.02025.x>.
- Jiang, S., Cheng, J., Jiang, Z., Geng, H., Sun, Y., Sun, C., & Hou, J. (2018). Effect of heat treatment on physicochemical and emulsifying properties of polymerized whey protein concentrate and polymerized whey protein isolate. *Food Science and Technology*, *98*, 134-140. <http://doi.org/10.1016/j.lwt.2018.08.028>.
- Juarez-Enriquez, E., Olivas, G. I., Ortega-Rivas, E., Zamudio-Flores, P. B., Perez-Vega, S., & Sepulveda, D. R. (2019). Water activity, not moisture content, explains the influence of water on powder flowability. *Food Science and Technology*, *100*, 35-39. <http://doi.org/10.1016/j.lwt.2018.10.043>.

Koç, B., Yilmazer, M. S., Balkır, P., & Ertekin, F. K. (2010). Moisture sorption isotherms and storage stability of spray-dried yogurt powder. *Drying Technology*, 28, 816-822. <http://doi.org/10.1080/07373937.2010.485083>.

Kolev, T. M., Velcheva, E. A., Stamboliyska, B. A., & Spiteller, M. (2005). DFT and experimental studies of the structure and vibrational spectra of curcumin. *International Journal of Quantum Chemistry*, 102, 1069-1079. <http://doi.org/10.1002/qua.20469>.

Lara, W. H. (1984). Monografia de corantes naturais para fins alimentícios—padrões de identidade e qualidade. Instituto Adolfo Lutz, São Paulo.

Liang, G., Shao, L., Wang, Y., Zhao, C., Chu, Y., Xiao, J., et al. (2009). Exploration and synthesis of curcumin analogues with improved structural stability both in vitro and in vivo as cytotoxic agents. *Bioorganic & Medicinal Chemistry*, 17, 2623-2631. <http://doi.org/10.1016/j.bmc.2008.10.044>.

Mangolim, C. S., Moriwaki, C., Nogueira, A. C., Sato, F., Baesso, M. L., Neto, A., et al. (2014). Curcumin- β -cyclodextrin inclusion complex: stability, solubility, characterisation by FT-IR, FT-Raman, X-ray diffraction and photoacoustic spectroscopy, and food application. *Food Chemistry*, 153, 361-370. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2013.12.067>.

Martins, S., Mussatto, S. I., Martínez-Avila, G., Montanez-Saenz, J., Aguilar, C. N. & Teixeira, J. A. (2011). Bioactive phenolic compounds: production and extraction by solid-state fermentation. A review. *Biotechnology Advances*, 29, 365-373. <http://doi.org/10.1016/j.biotechadv.2011.01.008>.

Mendes, L.G. (2012). Microencapsulação do corante natural de urucum: uma análise da eficiência da goma do cajueiro como material de parede. Dissertação, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza.

MINOLTA. Precise color communication: color control from perception to instrumentation. (2007).

https://www.konicaminolta.com/instruments/knowledge/color/pdf/color_communication.pdf. Acesso em 20 dezembro 2018.

Mohajeri, M., Behnam, B., Cicero, A. F., & Sahebkar, A. (2017). Protective effects of curcumin against aflatoxicosis: A comprehensive review. *Journal of Cellular Physiology*, 233, 3552-3577. <http://doi.org/10.1002/jcp.26212.a>.

Mohan, K. P. R., Sreelakshmi G., Muraleedharan C. V., & Joseph, R. (2012). Water soluble complexes of curcumin with cyclodextrins: Characterization by FT-Raman spectroscopy. *Vibrational Spectroscopy*, 62, 77-84. <http://doi.org/10.1016/j.vibspec.2012.05.002>.

Nishanthi, M., Chandrapala, J., & Vasiljevic, T. (2018). Impact of storage conditions on solubility, heat stability and emulsifying properties of selected spray dried whey protein concentrates. *Food Science and Technology*, 92, 16-21. <http://doi.org/10.1016/j.lwt.2018.01.068>.

Norgaard, L., Hahn, M. T., Knudsen, L. B., Farhat, I. A., & Engelsen, S. B. (2005). Multivariate near-infrared and Raman spectroscopic quantifications of the crystallinity of lactose in whey permeate powder. *International Dairy Journal*, 15, 1261-1270. <https://doi.org/10.1016/j.idairyj.2004.12.009>.

Patel, S. (2015). Functional food relevance of whey protein: A review of recent findings and scopes ahead. *Journal of Functional Foods*, 19, 308-319. <http://doi.org/10.1016/j.jff.2015.09.040>.

Pereira, A. S., & Stringheta, P. C. (1998). Considerações sobre a cultura e processamento do açafão. *Horticultura Brasileira*, 16 (2), 102-105. <http://doi.org/10.1590/S0102-053619980000200001>.

Ricardo, N.G. (2014). Desenvolvimento e caracterização de leite fermentado com Viili adicionado de *Curcuma longa*. Dissertação, Universidade Estadual de Londrina, Londrina P.R.

Santos, A. B., Fávoro-Trindade, C. S., & Grosso, C. R. F. (2005). Preparo e caracterização de microcápsula de oleoresina de páprica obtidas por atomização. *Ciência e Tecnologia de Alimentos*, 25, 322-326. <http://doi.org/10.1590/S0100-204X2006000200022>.

Schuck, P., Dolivet, A., Méjean, S., Hervé, C., & Jeantet, R. (2012). Spray drying of dairy bacteria: New opportunities to improve the viability of bacteria powders. *International Dairy Journal*, 31, 1-6. <http://doi.org/10.1016/j.idairyj.2012.01.006>.

Shehzad, A., Qureshi, M., Anwar, M. N., & Lee, Y. S. (2017). Multifunctional curcumin mediate multitherapeutic effects. *Journal of Food Science*, 82, 2006-2015. <http://doi.org/10.1111/1750-3841.13793>.

Sierra, T.J., Schumann, J., & Kulozik, U. (2013). Impact of spray-drying conditions on the particle size of microparticulated whey protein fractions. *Dairy Science & Technology*, 93, 487-503. <http://doi.org/10.1007/s13594-013-0124-7>.

Silva, K., Bolini, H. M. A., & Antunes, A. J. (2004). Soro de leite bovino em sorvete. *Alimentos e Nutrição*, 15 (2), 187-196.

Sneharani, A. H., Karakkat, J. V., Singh, S. A., & Rao, A. A. (2010). Interaction of curcumin with β -lactoglobulin stability, spectroscopic analysis, and molecular modeling of the complex. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 58, 11130-11139. <http://doi.org/10.1021/jf102826q>.

Souza, L. B. L., Palmeira, M. E., & Palmeira, E. O. (2015). Eficácia do uso de *whey protein* associado ao exercício, comparada a outras fontes proteicas sobre a massa muscular de indivíduos jovens e saudáveis. *Revista Brasileira de Nutrição Esportiva*, 9, 607-613.

Stephani, R., Oliveira, K. S., Almeida, C. E. R., Perrone, I. T., Carvalho, A. F., Oliveira, L. F. C., & Almeida, M.R. (2017). Raman spectroscopy as a tool to identify modification of whey protein concentrate (WPC) during shelf life. *Food Packaging and Shelf Life*, 11, 1-9. <http://doi.org/10.1016/j.foodchem.2013.12.067>.

Teymouri, M., Pirro, M., Johnston, T. P., & Sahebkar, A. (2017). Curcumin as a multifaceted compound against human papilloma virus infection and cervical cancers: A review of chemistry, cellular, molecular, and preclinical features. *BioFactors*, 43, 331-346. <http://doi.org/10.1002/biof.1344>.

Thomas, M. E. C., Scher, J., Desobry-Banon, S., & Desobry, S. (2004). Milk Powders Ageing: Effect on Physical and Functional Properties. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 44, 297-322. <http://doi.org/10.1080/10408690490464041>.

Thorat, A. A., & Dalvi, S. V. (2014). Particle formation pathways and polymorphism of curcumin induced by ultrasound and additives during liquid antisolvent precipitation. *CrystEngComm*, 16, 11102-11114. <http://doi.org/10.1039/c4ce02021a>.

Torres, J. K. F., Stephani, R., Tavares, G. M., Carvalho, A. F., Costa, R. G. B., Almeida, C. E. R., et al. (2017). Technological aspects of lactose-hydrolyzed milk powder. *Food Research International*, 101, 45-53. <http://doi.org/10.1016/j.foodres.2017.08.043>.

World Health Organization. Evaluation of certain food additives. Geneva, p.18-22, 2004. http://apps.who.int/iris/bitstream/10665/42849/1/WHO_TRS_922.pdf. Acesso em 20, dezembro, 2018.

Xu, D., Xu, Y., Liu, G., Hou, Z., Yuan, Y., Wang, S., et al. (2018). Effect of carrier agents on the physical properties and morphology of spray-dried *Monascus* pigment powder. *Food Science and Technology*, 98, 299-305. <http://doi.org/10.1016/j.lwt.2018.08.056>.

Zafar, U., Vivacqua, V., Calvert, G., Ghadiri, M., & Cleaver, J. S. (2017). A review of bulk powder caking. *Powder Technology*, 313, 389-401. <http://doi.org/10.1016/j.powtec.2017.02.024>.

Zhao, F., Gong, Y., Hu, Y., Lu, M., Wang, J., & Dong, J. (2015). Curcumin and its major metabolites inhibit the inflammatory response induced by lipopolysaccharide: translocation of nuclear factor- κ B as potential target. *Molecular Medicine Reports*, 11, 3087-93 <http://doi.org/10.3892/mmr.2014.3079>.

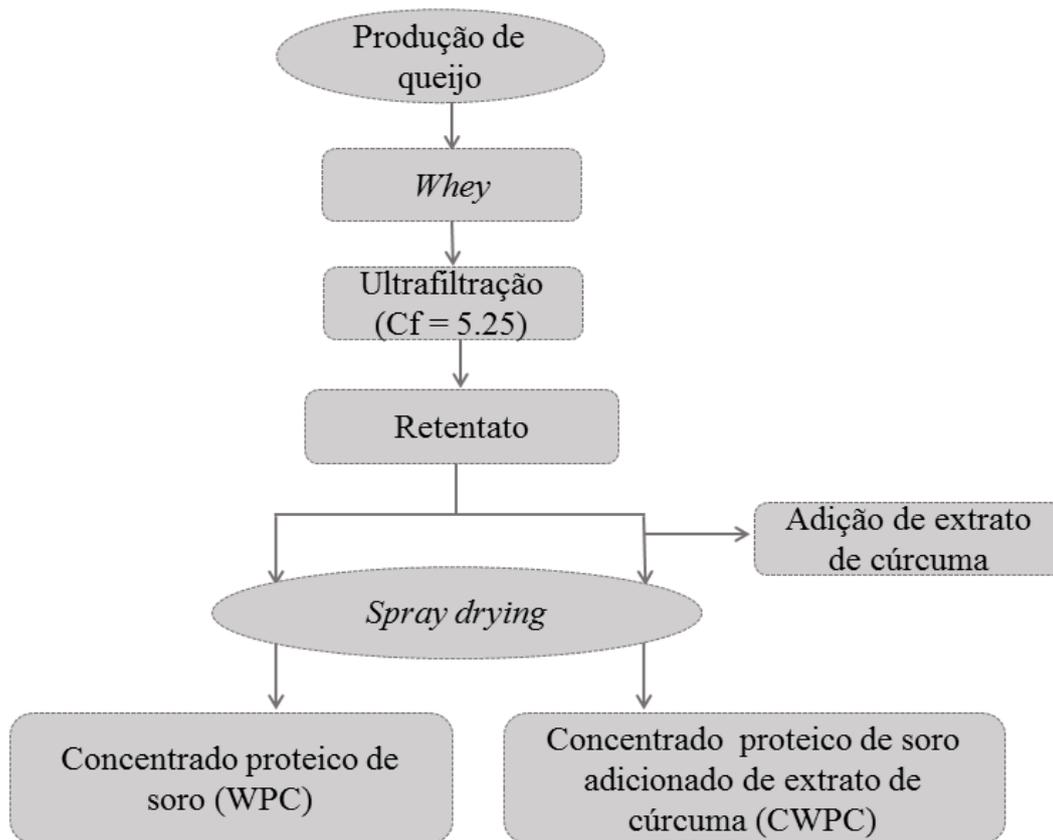


Figura 1. Fluxograma de produção das amostras. Onde Cf = fator de concentração. CWPC: concentrado proteico de soro de leite adicionado de extrato de cúrcuma por meio de secagem *spray drying*; WPC: concentrado proteico de soro de leite.

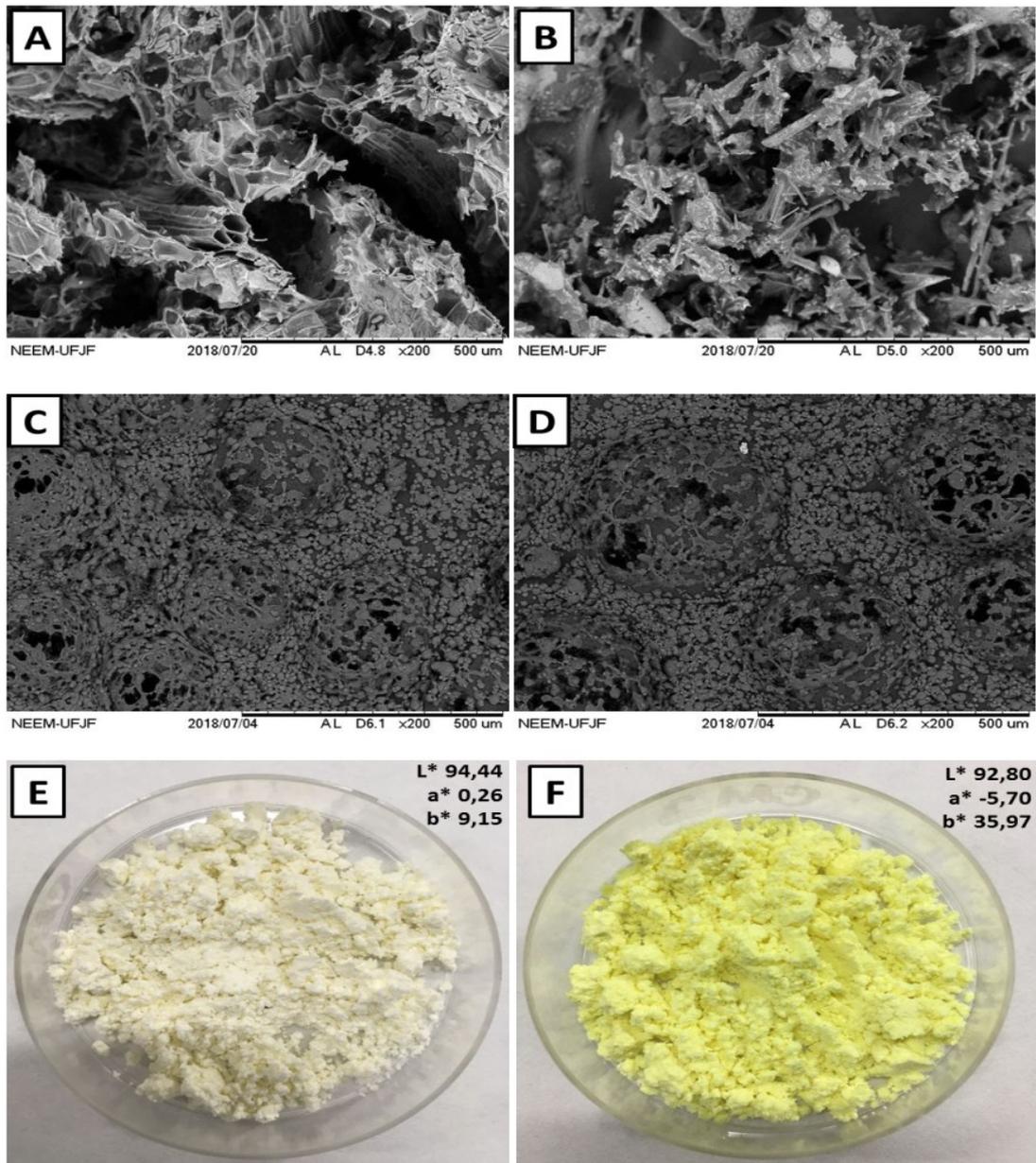


Figura 2. Microscopia eletrônica de varredura (x200): (A) *Cúrcuma in natura* (liofilizada); (B) extrato de cúrcuma (liofilizado); (C) Concentrado proteico de soro de leite; (D) Concentrado proteico de soro de leite adicionado de extrato de cúrcuma. Resultados da análise colorimétrica: (L* = Luminosidade, a* = Agitação vermelho / verde, b* = cor amarela / azul): (E) Concentrado proteico de soro de leite; (F) Concentrado proteico de soro de leite adicionado de extrato de cúrcuma.

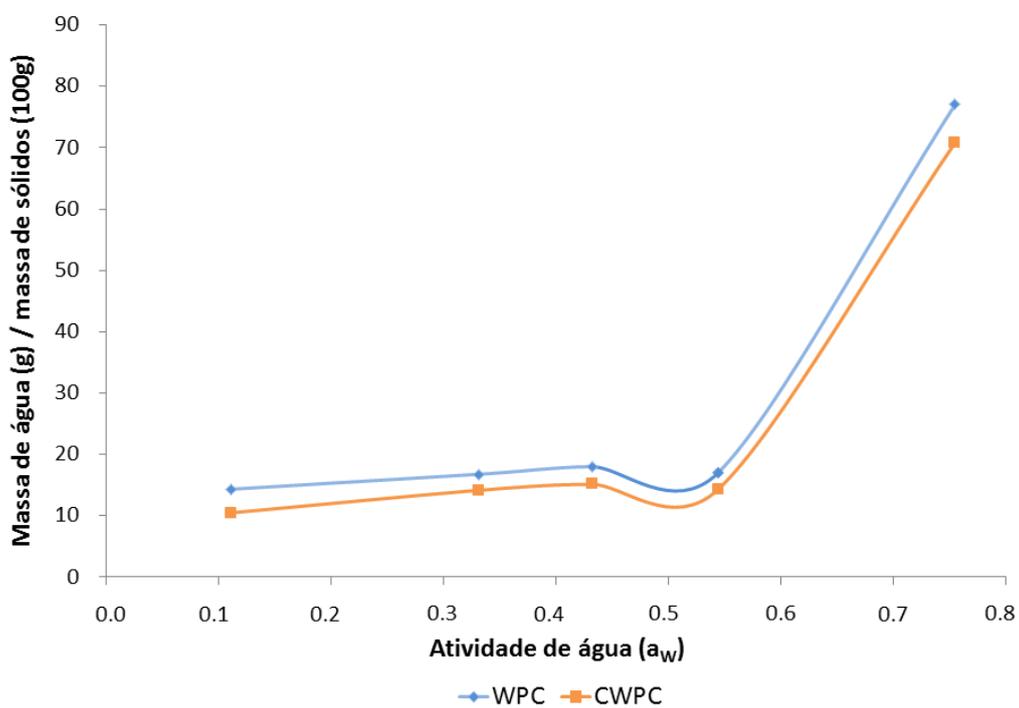


Figura 3. Isotherma de sorção a 25 °C do concentrado proteico de soro de leite (WPC) e do concentrado proteico de soro de leite adicionado de extrato de cúrcuma (CWPC) secos por meio da secagem *spray dryer*.

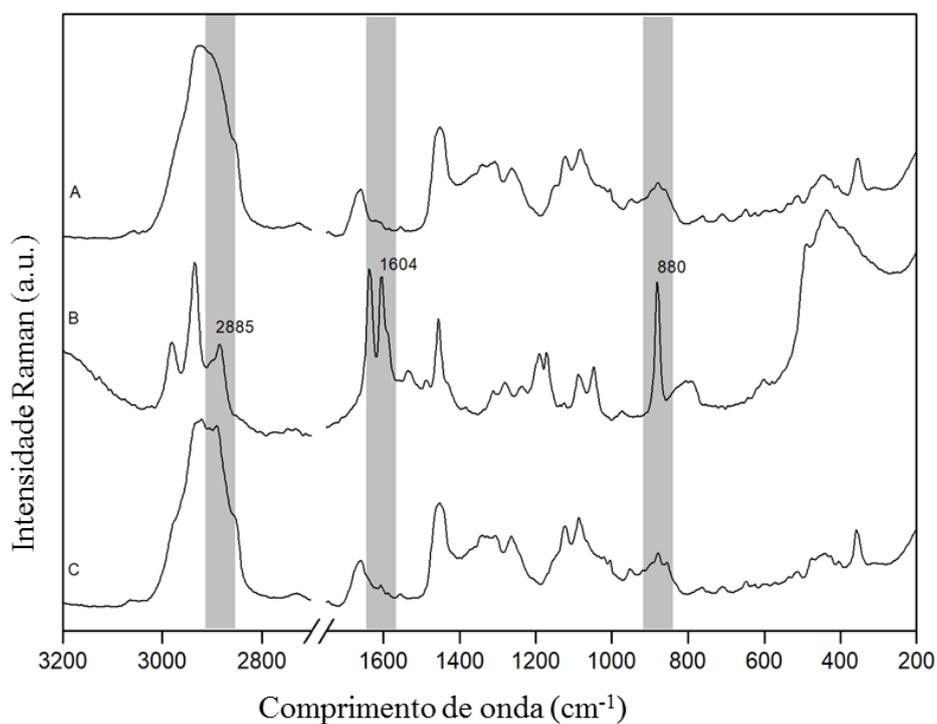


Figura 4. Espectroscopia Raman: (A) Concentrado proteico de soro de leite; (B) extrato de cúrcuma; (C) concentrado proteico de soro de leite adicionado de extrato de cúrcuma.

Tabela 1. Resultados da análise granulométrica do extrato de cúrcuma, WPC e do CWPC secos por meio da secagem *spray dryer*.

	Extrato de Cúrcuma	WPC	CWPC
Média (µm)	38,61	13,99	12,92
Desvio-padrão (µm)	36,62	26,31	21,83
d₁₀ (µm)	1,14	1,44	1,58
d₉₀(µm)	97,52	45,77	40,25
< 1 µm (% volume)	8,41	2,23	2,78

WPC: Concentrado proteico de soro de leite; CWPC: concentrado proteico de soro de leite adicionado de extrato de cúrcuma; d: diâmetro da partícula.

5.3 ARTIGO 3

CARACTERIZAÇÃO TECNOLÓGICA E NUTRICIONAL DE CONCENTRADOS PROTEICOS DE SORO DE LEITE ADICIONADOS DE EXTRATO DE CÚRCUMA OBTIDOS POR SECAGEM EM LEITO DE ESPUMA E *SPRAY* *DRYING*

Jaqueline Vieira Piovezana Gomes^a, Júlia d'Almeida Francisquini^b, Ítalo T. Perrone^c, Luiz Fernando C. de Oliveira^d, Antônio F. de Carvalho^b, Mateus da Silva Junqueira^e e Ceres Mattos Della Lucia^{a*}

^aDepartamento de Nutrição e Saúde - Universidade Federal de Viçosa (UFV), 36570-900, Viçosa, MG, Brasil. jaqueline.gomes@ufv.br; cmdellalucia@ufv.br

^bDepartamento de Tecnologia de Alimentos- Universidade Federal de Viçosa (UFV), 36570-900, Viçosa, MG, Brasil. juliafrancisquininutri@gmail.com; afc1800@yahoo.com

^cFaculdade de Farmácia- Universidade Federal de Juiz de Fora (UFJF), 36036-330, Juiz de Fora, MG, Brasil. italotulerperrone@gmail.com

^dDepartamento de Química- Universidade Federal de Juiz de Fora (UFJF), 36036-330, Juiz de Fora, MG, Brasil. luiz.oliveira@ufjf.edu.br

^eDepartamento de Engenharia de Alimentos, Universidade Federal de São João Del-Rei (UFSJ), 35701970, São João Del-Rei, MG, Brasil. mateusjunqueira@ufs.edu.br

*Autor correspondente: Ceres Mattos Della Lucia. ^aDepartamento de Nutrição e Saúde, Universidade Federal de Viçosa (UFV), Avenida Peter Henry Rolfs - Campus Universitário. 36571-000 – Viçosa, MG, Brasil. Tel.: + 55 (31) 3612-5197.

E-mail: cmdellalucia@ufv.br

**A ser submetido à *Drying Technology*.

RESUMO

Objetivou-se desenvolver e caracterizar dois concentrados proteicos de soro de leite (WPC) adicionados de extrato de cúrcuma (CWPC) obtidos por *spray drying* (SD) e leite de espuma (LE). Análises tecnológicas (morfologia, distribuição do tamanho de partículas, espectroscopia Raman e balanço de energia) e nutricionais (compostos fenólicos totais, curcumina e capacidade antioxidante) foram realizadas. O CWPC-SD manteve as características tecnológicas, além de apresentar menores perdas de curcumina e fenólicos totais quando comparado ao CWPC-LE. Houve aumento da capacidade antioxidante em ambos os pós desenvolvidos. A curcumina adicionada no *whey protein* seco por *spray dryer* foi encapsulada, protegendo, desta forma, os compostos bioativos do produto desenvolvido.

Palavras chave: morfologia; balanço energético; espectroscopia Raman; curcumina; capacidade antioxidante.

ABSTRACT

The objective of this study was to develop and characterize two whey protein concentrate (WPC) added with turmeric extract (TWPC) obtained by spray drying (SD) and foam mat drying (FMD). Technological analyzes (morphology, particle size distribution, Raman spectroscopy and energy balance) and nutritional analyzes (total phenolic compounds, curcumin and antioxidant capacity) were performed. TWPC-SD maintained its technological characteristics and showed lower losses of curcumin and total phenolics when compared to TWPC-FMD. There was an increase in antioxidant capacity in both developed powders. The curcumin added to whey protein obtained by spray dryer was encapsulated, thus protecting the bioactive compounds in the developed product.

Keywords: morphology; energetic balance; Raman spectroscopy; curcumin; antioxidant capacity.

1. Introdução

A cúrcuma (*Curcuma longa* L.), também conhecida como açafrão-da-terra, gengibre amarelo e açafrão-da-índia, é uma espécie de planta medicinal nativa da Índia e Sudeste Asiático.^[1, 2] Seu rizoma é a parte mais utilizada na indústria alimentícia como corante, aromatizante e como ingrediente no preparo de temperos e em produtos processados, inclusive em produtos lácteos.^[3, 4, 1, 5, 6, 2]

Esta planta apresenta como principal componente fitoquímico o composto polifenólico conhecido como curcumina.^[1,7,2] A curcumina é um pigmento amarelo, formado por um radical hidroxila que pode disponibilizar hidrogênio, reduzindo a ação de oxidantes sendo, portanto, o principal componente ativo obtido do rizoma da cúrcuma, derivada de um composto fenólico chamado ácido ferúlico.^[1,7,2] Múltiplas ações biológicas e farmacológicas são documentadas para a curcumina, incluindo ação antimicrobiana, antiinflamatória, antioxidante (mecanismos de eliminação de radicais livres e metais quelantes), analgésica, hipoglicêmica, cardioprotetora.^[7,2,8,9]

Os compostos fenólicos são antioxidantes presentes em fontes vegetais que, em pequenas concentrações, em comparação ao substrato oxidável, retardam ou previnem significativamente o início ou a propagação da cadeia de reações de oxidação.^[10,11] A cúrcuma age na proteção dos componentes celulares e processos oxidativos, combatendo radicais livres, promovendo, assim, o equilíbrio entre os compostos pró-oxidantes e antioxidantes.^[12]

As proteínas do soro são extraídas durante o processo de fabricação do queijo ou por sistemas de separação por membranas e, atualmente, vêm sendo utilizadas como suplementação proteica, apoiando o ganho de condicionamento físico de praticantes de atividade física e atletas.^[13,14,15,16,17,18] Seus benefícios incluem: aumento de ações

fisiológicas, melhora na capacidade imunomoduladora, função antibacteriana, efeito na prevenção da obesidade e ação antioxidante.^[19,13]

Há um interesse no uso destas proteínas do soro do leite como biopolímeros para aumentar a vida de prateleira de moléculas sensíveis e direcionar a liberação de substâncias bioativas/nutricionais para o organismo, pela sua capacidade de formar geis e microcápsulas sob condições de aquecimento relativamente moderadas e sem a necessidade de produtos químicos, sendo um tipo de veículo natural para componentes bioativos (hidrofóbicos e hidrofílicos) para aplicações médicas e alimentares.^[20,21,22,23]

Como a curcumina é sensível às condições alcalinas, tratamento térmico, luz, íons metálicos, enzimas, oxigênio e ácido ascórbico, o seu encapsulamento vem sendo realizado com a finalidade de melhorar a solubilidade, estabilidade e biodisponibilidade, de forma a exibir a sua ação biológica.^[24,25,26]

Desta forma, o desenvolvimento de *whey protein concentrate* (WPC) adicionado de cúrcuma, que encapsule a curcumina como forma de potencializar os benefícios nutricionais, incluindo a ação antioxidante de ambos, seria um produto com potencial mercadológico. Dentre os métodos de secagem utilizados na secagem de alimentos, pode-se destacar a secagem via *spray drying* (SD) e a secagem via leito de espuma (LE). Tais métodos apresentam diferenças entre si (Tabela 1), podendo afetar a característica físico-química, composicional, estrutural e nutricional do pó.

Portanto, o objetivo do presente estudo foi desenvolver e caracterizar dois WPC adicionados de extrato de cúrcuma (CWPC) obtidos por secagem em *spray drying* e leito de espuma, a fim de verificar qual dos métodos é o mais eficiente em relação a parâmetros tecnológicos e quanto aos compostos fenólicos (totais e curcumina) e a capacidade antioxidante deste produto.

2. Materiais e métodos

2.1 Obtenção do extrato de cúrcuma

A cúrcuma foi adquirida de produtores rurais da cidade de Viçosa, MG, Brasil. A coleta das amostras se deu por diferentes pés, para obtenção de uma amostra representativa, sendo utilizado apenas o rizoma para condução deste estudo. O método analítico baseou-se na NBR 13624^[32] que possui como princípio a extração da curcumina com etanol, diluição e leitura espectrofotométrica, descrita a seguir.

A cúrcuma (higienizada e descascada) foi pesada, colocada em uma panela doméstica, e sobre ela foi adicionada água (quantidade suficiente para cobrir a amostra). A cúrcuma foi cozida por 20 minutos, marcados a partir do momento em que a água entrou em ebulição. Finalizada a cocção, o conteúdo da panela foi colocado em um recipiente até que estivesse em temperatura ambiente.

Posteriormente, com o auxílio de um mixer vertical (Black&Decker[®] SB40), triturou-se a cúrcuma cozida, sendo adicionado, aos poucos, álcool 70 % para a extração da curcumina (quantidade suficiente para triturar a amostra). A mistura triturada foi tampada com papel alumínio, e deixada em repouso por 4 horas.

Transcorrido esse período, a mistura (cúrcuma, água e álcool) foi centrifugada (Multi-purpose[®] centrifuge, NF 1200/1200R) a 6000 rpm por 10 minutos. O sobrenadante foi transferido e filtrado a vácuo em funil de Büchner com papel de filtro e o álcool foi evaporado a $70^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ por 20 minutos, em evaporador rotativo (QUIMIS[®] modelo Q344.1) acoplado à bomba de vácuo (TECNAL[®] modelo TE058). O extrato foi armazenado em frasco âmbar em *freezer* a $-18^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ para sua utilização na produção do concentrado proteico de soro de leite adicionado de extrato de cúrcuma (CWPC) e para as análises nutricionais e tecnológicas.

2.2 Obtenção do concentrado proteico de soro de leite adicionado de extrato de cúrcuma

Foram produzidos um concentrado proteico de soro de leite (WPC) e um concentrado proteico de soro de leite adicionado de extrato de cúrcuma (CWPC), por meio de dois métodos de secagem: *spray drying* (CWPC-SD) e leito de espuma (CWPC-LE), (Figura 1).

Foi desenvolvido um produto com adição de 3,6 mg de curcumina (porção de 30 g de *whey protein*). Uma vez que a cúrcuma apresenta sabor forte e pungente (característico), adicionou-se aroma artificial de abacaxi (composição: açúcar, amido de milho, acidulante, aromatizante artificial, corantes artificiais: amarelo tartrazina e amarelo crepúsculo) ao produto desenvolvido, para melhor aceitação. Para cada 3 g de CWPC, foi acrescentado 1 g do aroma artificial em pó de abacaxi, quantidade esta calculada de acordo com as orientações da embalagem do produto.

Para o cálculo da quantidade de extrato de cúrcuma a ser adicionada ao WPC, considerou-se a média da ingestão diária aceitável (IDA) de curcumina de 0-3 mg/kg de peso corporal/dia.^[33]

O soro foi ultrafiltrado (ultrafiltrador, GEA[®]) no laticínio Sérvulo, Senador Firmino– MG, Brasil, sendo o retentado dividido em duas frações, sendo cada uma delas utilizada para secagem em cada um dos métodos supracitados.

Os procedimentos de secagem foram conduzidos na Universidade Federal de Viçosa – MG, Brasil (INOVALEITE – Departamento de Tecnologia de Alimentos). Em seguida, foram realizadas análises para caracterização do extrato de cúrcuma e dos pós na Universidade Federal de Juiz de Fora, MG (QUIMTEC/NEEM - Departamento de Química).

A atividade de água (a_w) foi monitorada durante as secagens do CWPC pelos dois métodos de secagem, a 25 °C por meio do termohigrômetro Aqualab (Decagon® 3TE, Decagon Devices Inc., USA). A atividade de água foi aferida ao longo da secagem, a cada hora (em duplicatas) até a obtenção de $a_w = 0,20 \pm 0,1$ durante a secagem em leito de espuma, entretanto na secagem *spray dryer*, a análise da a_w foi realizada apenas ao final da secagem, visto que o método não permite acesso à amostra sem que seja desligado o equipamento.^[34]

Além disso, para que fosse possível a comparação entre os dois métodos de secagem, a sonda do termohigrômetro HygroPalm22-A (Rotronic®, Bassersdorf, Suíça) foi posicionada nos dois secadores utilizados nos dois métodos de secagem (*spray dryer* e leito de espuma) para monitorar a temperatura (°C), umidade relativa (%) e umidade absoluta (kg de água/kg de ar seco) no ar de entrada e saída.^[35]

2.2.1 *Spray drying*

O procedimento de secagem foi conduzido em *spray dryer* modelo MSDi 1.0 (Labmaq® do Brasil) equipado com um bico de pulverização de 1 mm de diâmetro.

Em um béquer de plástico foi pesado o soro de leite, sendo adicionado a ele o extrato de cúrcuma. As taxas de ar e de fluxo de produto, bem como a temperatura do ar, foram definidas mediante testes iniciais. A vazão utilizada na secagem foi de 1 kg/h, temperatura do ar de entrada de 180 °C \pm 1 °C e temperatura do ar de saída 85 °C \pm 2 °C.^[34] Após este período de secagem (1 kg/h), o material seco foi removido do equipamento com auxílio de espátulas de plástico. O pó foi armazenado em embalagens plásticas, envolvidas com papel alumínio e armazenadas em *freezer* a -18 °C \pm 1°C.

2.2.2 Leito de espuma

O procedimento de secagem foi conduzido em um desidratador de alimentos modelo PD-15 (Polidryer[®]). Inicialmente, pesou-se o retentado, sendo adicionado a ele o extrato de cúrcuma. Em seguida, adicionou-se, então, 8% do agente emulsificante (informações do fabricante: composto por 20 % de carboidratos e 26 % lipídios) em relação ao peso do soro de leite fluido.^[36] Com o auxílio de uma batedeira doméstica (Philips Wallita), a mistura foi homogeneizada por 20 minutos, na velocidade máxima, até a obtenção de uma espuma consistente.

A espuma obtida foi disposta em bandejas de alumínio cobertas com papel manteiga, sendo estas encaixadas na secadora na temperatura de 70 °C. As bandejas foram mantidas no equipamento até o momento em que toda a espuma fosse convertida em pó (9 horas, em média). Neste momento, o material seco foi removido das bandejas com auxílio de espátulas de plástico. O pó foi armazenado em embalagens plásticas, envolvidas com papel alumínio e armazenadas em *freezer* a -18 °C ± 1 °C.

2.3 Microscopia eletrônica de varredura

Foi obtida a caracterização da morfologia (imagens x500) (Labconco[®], FreeZone 2.5 Plus) do WPC e dos produtos desenvolvidos por meio da adição do extrato de cúrcuma: CWPC-SD e CWPC-LE por Microscopia Eletrônica de Varredura (Hitachi[®], TM3000, Hitachi Ltd., Tokyo, Japan).

2.4 Distribuição do tamanho das partículas dos CWPC desenvolvidos, reidratados por difração a laser

A distribuição do tamanho das partículas foi obtida com o uso do analisador de difração a laser Beckman Coulter LS 13 320 (Beckman Coulter[®], Miami, FL, EUA)

acoplado ao módulo de análise líquida (*Aqueous liquid module*, Beckman Coulter[®], Miami, FL, EUA). As amostras foram adicionadas na forma líquida (extrato de cúrcuma) e na forma de pó (WPC, CWPC-SD e CWPC-LE), sem prévia reidratação, lentamente e em quantidades suficientes no reservatório do módulo de análise líquida contendo água a temperatura ambiente visando obter nível obscurescência. Os dados foram coletados na região de 0,375µm a 2000µm com tempo de cada coleta estabelecido em 90 segundos, sendo que tais coletas foram realizadas ao longo de cinco diferentes tempos (1,5; 3,0; 4,5; 6,0 e 7,5 minutos). Os resultados foram obtidos utilizando a aproximação de Fraunhofer visando à observação da solubilidade total. Os dados foram representados pelo % (percentual) de volume ocupado pelas partículas em função do seu tamanho. Com o *software Beckman Coulter (Particle Characterization)* versão 5.03 foi realizada a análise estatística dos dados obtidos.

2.5 Balanço de energia

O balanço de energia foi realizado a fim de verificar a energia mínima consumida por cada equipamento durante a produção do CWPC por meio da secagem em leito de espuma e *spray drying* e comparar o desempenho energético dos secadores.

2.6 Espectroscopia Raman

Os espectros Raman foram obtidos para as seguintes amostras: WPC, extrato de cúrcuma (líquido), CWPC-SD e CWPC-LE, utilizando um espectrômetro FT-Raman (Bruker[®], modelo RFS 100) equipado com detector Ge refrigerado com nitrogênio líquido e um *laser* Nd: YAG com uma linha de excitação a 1064 nm. Um feixe de 90 mW foi focado na amostra. Para todos os espectros, obteve-se uma boa relação sinal / ruído realizando uma média de 512 varreduras, as quais foram coletadas com uma resolução

espectral de 4 cm^{-1} . A aquisição dos espectros Raman foi realizada pelo *software* OPUS 6.0.^[37]

2.7 Quantificação da curcumina

A curcumina foi extraída por meio da metodologia da NBR 13624.^[32] Em balões volumétricos de 100 mL, foram adicionados 0,10 g das seguintes amostras: extrato de cúrcuma, CWPC-SD, CWPC-LE e controle (mistura de soro fluido, acrescido do extrato de cúrcuma e aroma de abacaxi na mesma quantidade adicionada no CWPC desenvolvido) em base úmida. Nos balões foram adicionados, ainda, 60 mL de ácido acético glacial. Os balões foram tampados com papel alumínio e colocados em banho metabólico (DUBNOFF[®] modelo MA-093) (180 rpm), 90 °C durante 1 hora. Em seguida, foram adicionados 2 g de ácido bórico e 2 g de ácido oxálico, sendo os balões mantidos em banho metabólico por mais 10 minutos. Em seguida, foram retirados, sendo deixados em repouso até atingirem a temperatura ambiente. Posteriormente, seus volumes foram completados com ácido acético glacial e foi realizada a homogeneização. Destes balões, foram retirados 5 mL e transferido para balões volumétricos de 50 mL, sendo seus volumes completados com ácido acético glacial.

A absorvância foi medida em espectrofotômetro Evolution 60S (Thermo Scientific[®], EUA) em comprimento de onda de 540 nm, tendo como branco o ácido acético e os demais reagentes sem adição da amostra.

Para a construção da curva analítica de curcumina, foi dissolvido 0,10 g do padrão curcumina (Sigma-Aldrich[®]) em ácido acético glacial, em balão de 1000 mL, com auxílio de calor. Desta solução, foram pipetados 0,2; 0,5; 1; 2; 5; 10; 15; 20 e 25 mL em balões de 100 mL, seus volumes foram completados com ácido acético glacial. As absorvâncias foram lidas em comprimento de onda de 540 nm para a construção da curva analítica.

2.8 Determinação dos compostos fenólicos totais

2.8.1 Obtenção dos extratos

Para preparo dos extratos, foram pesados 2 g de extrato de cúrcuma ou 2 g da amostra controle (mistura de soro fluido, acrescido do extrato de cúrcuma e do aroma de abacaxi na mesma quantidade adicionada no CWPC desenvolvido) em base úmida. Para os CWPC, pesou-se 1,78 g de água destilada e 0,22 g de amostra em pó, totalizando 2 g (em base úmida). À amostra, foram adicionados 20 mL de solução de extração composta de acetona: água (70:30 v/v), sendo a mistura submetida à agitação em banho metabólico (DUBNOFF modelo MA-093) (180 rpm, por 15 minutos). As amostras foram centrifugadas (Multi-purpose[®] centrifuge, NF 1200/1200R, 14000 rpm, por 15 minutos). As frações do sobrenadante foram filtradas em papel de filtro e os volumes completados para 20 mL com acetona 70%. Os extratos foram armazenados em frascos âmbar e armazenados em *freezer* a $-18\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$. Aliquotas dos extratos foram utilizadas para a estimativa de fenólicos totais e capacidade antioxidante. [38]

2.8.2 Estimativa da concentração de fenólicos totais

A concentração de fenólicos totais nos extratos foi estimada utilizando o reagente de Folin-Ciocalteu. [39] Foram adicionados em tubos de ensaio 500 μL do extrato, 500 μL de reagente de Folin-Ciocalteu a 20% diluído em água (Sigma-Aldrich, Alemanha) e 500 μL de solução de carbonato de sódio a 7,5% (diluído em água). Efetuou-se posterior agitação em vórtex (Bio Vórtex V1 BIOSAN[®]) e, em seguida, o extrato foi deixado em repouso por 30 minutos ao abrigo da luz. A absorbância foi lida em espectrofotômetro (Thermo Scientific[®], Evolução 60S, EUA), em comprimento de onda de 765 nm.

Uma curva analítica foi construída a partir da leitura da absorbância de soluções com diferentes concentrações (0,005-0,10 mg/mL) de ácido gálico (Sigma-Aldrich[®],

Alemanha). Os resultados foram expressos em miligramas de equivalentes de ácido gálico por grama de amostra (mg GAE/100 g de amostra).

2.9 Determinação da capacidade antioxidante

2.9.1 Teste do 1,1-diphenil-2-picril-hidrazil (DPPH*)

A atividade de retirada de radical (ARR) das amostras foi determinada a partir do extrato preparado para a análise de fenólicos totais utilizando o método do radical 1,1-difenil-2-picril-hidrazil (DPPH) (BLOOR, 2001). Uma alíquota de 100 µL do extrato foi adicionada de 1500 µL de solução metanólica de DPPH (Sigma-Aldrich[®], Alemanha) 0,1 mM. Foi realizada a agitação em vórtex e, em seguida, o extrato foi deixado em repouso para reagir por 30 minutos ao abrigo da luz. A absorbância foi lida em espectrofotômetro (Thermo Scientific[®], Evolution 60S, EUA) a 517 nm. A curva analítica foi construída usando 50-100 mmol/L de solução trolox. A atividade antirradical (AAR) foi expressa em mmol de equivalente de trolox/100 g de amostra (mmol trolox/100 g).^[38]

3. Resultados e discussão

3.1 Distribuição do tamanho de partículas e morfologia dos WPC desenvolvidos, reidratados por difração a laser

O CWPC-SD e o WPC apresentaram semelhanças no que diz respeito à distribuição do tamanho de partícula, demonstrando pouca ou nenhuma interferência pela adição do extrato de curcumina (Figura 2). Tal achado evidencia bom encapsulamento, visto a curcumina ser um componente com característica lipofílica. Caso o extrato de cúrcuma não estivesse devidamente encapsulado ao WPC, a partícula “boiaria”, diminuindo a capacidade de reidratação do pó (molhabilidade, encolhimento, dispersibilidade e solubilidade).^[40,41]

No CWPC-LE, houve aumento do tamanho das partículas na região acima de 1 μm quando comparado ao pó elaborado por *spray dryer* (Figura 2). Tal situação dificulta a capacidade de reidratação do pó, o que pode ser devido à desnaturação proteica, resultante da secagem em leito de espuma, com exposição de grupos hidrofóbicos na superfície, aumentando, assim, a natureza anfifílica do produto.^[27] Ressalta-se que o agente emulsificante utilizado na secagem em LE não afetou a reidratação, por ser uma molécula anfifílica (ou seja, a mesma molécula possui uma porção polar e uma porção apolar).^[42] Verificou-se, portanto, um encapsulamento ineficiente, uma vez que a curcumina permaneceu na superfície do pó, diminuindo sua solubilidade por exibir sua característica hidrofóbica.^[25,32]

Quanto à morfologia (Figura 2), verifica-se que o extrato de cúrcuma apresentou morfologia semelhante ao encontrado na literatura.^[43] Pode-se, também, visualizar que as características morfológicas do WPC e do CWPC-SD (Figura 2-B e 2-C) foram semelhantes, com a presença de partículas esféricas e unidas, típicas de secagem por *spray dryer*, o que proporciona melhor capacidade de reidratação e facilidade de incorporação do extrato de cúrcuma, melhorando o seu encapsulamento.^[44,45,46] Diferentemente, o CWPC-LE exibiu partículas quebradas, com formatos irregulares e individualizadas, o que prejudica tanto o processo de reidratação quanto o encapsulamento do composto bioativo utilizado.^[47] Esta característica do CWPC-LE demonstra maior agressão na estrutura física do pó, característico da secagem por leito de espuma, fazendo com que o pó apresente maior exposição, tendo como consequência a oxidação dos compostos.^[27] Os resultados da morfologia dos pós foram semelhantes aos achados para a análise de tamanho de partículas no CWPC via *spray dryer*, demonstrando que a curcumina foi encapsulada.

Sendo assim, infere-se que o CWPC-SD, por sua característica de reidratação e morfologia, encapsulou com maior eficiência o extrato de cúrcuma quando comparado ao

CWPC-LE, favorecendo com que as atividades biológicas e farmacológicas da curcumina sejam manifestadas mais eficientemente.

3.2 Balanço energético

Nas condições empregadas no experimento, observa-se que, durante o processo de secagem do CWPC via *spray dryer*, a massa de água evaporada por massa de ar seco foi 5,1 vezes superior ao processo de secagem em leito de espuma (22,24 g de água · kg de ar seco⁻¹ e 4,35 g de água · kg de ar seco⁻¹ respectivamente) (Tabela 2). Além disso, observa-se que o tempo médio de secagem via leito de espuma foi 7,7 vezes superior ao *spray dryer* e produziu pó com atividade de água mais elevada ($a_w=0,248$) comparado ao produto obtido por meio da secagem em *spray dryer* ($a_w=0,155$).

A massa de água evaporada por massa de ar seco no *spray dryer* está de acordo com trabalhos da literatura que empregaram *spray dryer* piloto.^[48,49,50,51] Silva et al.^[49] evaporaram leite fluido no mesmo *spray dryer* piloto empregado no presente estudo e encontraram 24,4 g de água · kg de ar seco⁻¹. A estabilidade dos lácteos desidratados possui direta relação com a composição dos produtos, com a atividade de água, com a temperatura e umidade relativa do ar durante a estocagem.^[52,53,54]

O CWPC-SD apresentou atividade de água ideal para o armazenamento ($a_w=0,155$), sob as condições do experimento (Tabela 2), visto que produtos lácteos desidratados devem apresentar atividade de água entre 0,100 e 0,200.^[55] Além disso, foi obtido em um tempo de secagem significativamente menor (reduzindo o dano térmico ao material), fazendo com que as propriedades da cúrcuma possam ser mais preservadas. A temperatura média do ar de secagem no *spray dryer* foi de 91 °C, enquanto que na secagem em leito de espuma foi de 68 °C.

A técnica de secagem por *spray dryer* é amplamente empregada para o encapsulamento de compostos naturais e microorganismos,^[56,57,58] entre outros fatores pelo tempo médio de secagem de uma partícula ser de 6 a 17 segundos. Sendo assim, apesar de a temperatura ser mais elevada, o tempo de residência é menor, possibilitando a melhor conservação dos constituintes.^[59] Desta forma, o desempenho energético da secagem do CWPC via LE foi inferior à secagem SD.

3.3 Espectroscopia Raman

Verificando a análise da espectroscopia Raman (Figura 3) é possível observar picos na região de 2986 cm^{-1} e 2935 cm^{-1} em todas as amostras estudadas (extrato de cúrcuma, WPC, CWPC-SD e CWPC-LE), podendo ser atribuídos a bandas de espalhamento Raman, característico de vibrações de estiramento C-H.^[37] Além disso, no extrato de cúrcuma, foi observado um pico na região de 880 cm^{-1} . Geralmente, as bandas entre 880 cm^{-1} e 710 cm^{-1} podem ser atribuídas a diferentes movimentos aromáticos e esqueléticos fora do plano COH (o que pode explicar o pico em 880 cm^{-1} no espectro de CWPC).^[60]

O espectro do CWPC-SD (Figura 3-C) apresenta modificação quando comparado ao espectro do WPC (Figura 3-B). Tal modificação está associada à sobreposição dos grupamentos C-H do extrato de cúrcuma. Ainda, observando estes dois espectros, infere-se que a lactose continua em seu estado amorfo mesmo após a secagem por SD (Figura 3-C). A lactose, permanecendo em seu estado amorfo, auxilia para um melhor encapsulamento e conservação das estruturas do produto, tornando a curcumina mais protegida, além de prolongar a validade do pó.^[61] Em compensação, analisando o espectro do CWPC-LE, observa-se perda da estrutura amorfa, resultando na cristalização da lactose e obtenção de um pó pouco estável, comprometendo a validade do pó, fatores estes associados à secagem por leito de espuma.^[62]

Desta forma, o CWPC via *spray dryer* foi capaz de preservar o estado amorfo da lactose, indicando melhor encapsulamento da curcumina em relação à secagem via LE.

3.4 Conteúdo e estabilidade de curcumina, compostos fenólicos totais e capacidade antioxidante dos produtos desenvolvidos

Observou-se redução da concentração da curcumina nos pós desenvolvidos, com consequente redução de fenólicos totais, visto que a curcumina é um composto fenólico^[2] (Tabela 3). Maiores perdas de curcumina foram encontradas no CWPC-LE (40 %) em comparação ao CWPC-SD (24,13 %). As perdas de fenólicos totais foram, respectivamente, de 71,43 % (CWPC-LE) e 57,14 % (CWPC-SD) (Tabela 3).

A redução de fenólicos totais após processamento térmico foi também relatada no estudo que investigou o efeito da temperatura de secagem a vácuo sobre a concentração de fenólicos totais em lichia, em que o conteúdo fenólico diminuiu com o aumento da temperatura de secagem.^[63] Em outro estudo, foi avaliada a influência da temperatura durante a secagem convectiva na concentração de fenólicos totais de peras, e também foi observada redução de fenólicos após a secagem.^[64]

A característica antioxidante dos compostos fenólicos os torna susceptíveis à degradação por oxidação, que pode ser influenciada pela presença de oxigênio, luz e calor, o que explica as perdas encontradas.^[65,66]

Aumento da capacidade antioxidante, entretanto, foi observado nos CWPC desenvolvidos pelos dois métodos (CWPC-LE: 1,23 mmol trolox/ 100 g amostra; CWPC-SD: 1,82 mmol trolox/ 100 g amostra) comparados ao controle ($0,06 \pm 0,00$ mmol trolox/ 100 g amostra) (Tabela 3). Um estudo avaliou o efeito da em secagem leito de espuma em manga Tommy utilizando diferentes parâmetros experimentais (temperatura de secagem e agentes estabilizantes) nas concentrações de compostos fenólicos e capacidade antioxidante, tendo como resultado o aumento da capacidade antioxidante nos tratamentos

comparados ao controle.^[67] Isso decorre pela inativação de peroxidases, cuja atividade seria pró-oxidante, e também pela formação de novos compostos antioxidantes ou a melhora da capacidade antioxidante de compostos naturalmente presentes.^[68,69]

Observou-se maior concentração de fenólicos totais, curcumina e capacidade antioxidante no CWPC-SD em relação ao CWPC-LE (Tabela 3). Isto demonstra que a técnica de *spray dryer* é menos agressiva e com menor influência nas características nutricionais do pó quando comparado ao leito de espuma.^[70,71] Além disso, vale ressaltar que as secagens SD e LE auxiliaram no encapsulamento da curcumina, já que a capacidade antioxidante aumentou em relação ao controle.

4. Conclusão

O processamento térmico resultou no aumento da capacidade antioxidante nos CWPC desenvolvidos. Em relação aos demais parâmetros analisados, a adição do extrato de cúrcuma no WPC via *spray drying* não afetou a estrutura e tamanho das partículas do *whey protein*, portanto, manteve a capacidade de reidratação do pó. Além disso, o produto desenvolvido por *spray drying* foi capaz de preservar o estado amorfo da lactose, demonstrando encapsulamento da curcumina.

Portanto, conclui-se que o CWPC-SD é um produto com potencial mercadológico, visto que os achados demonstraram benefícios nutricionais sem perdas tecnológicas.

Fontes de financiamento

Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico - CNPq, à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de Minas Gerais (FAPEMIG) e à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pelo apoio financeiro a projetos e bolsas de pesquisa.

Referências

- [1] Cañamares, M. V.; Garcia-Ramos, J. V.; Sanchez-Cortes, S. Degradation of curcumin dye in aqueous solution and on ag nanoparticles studied by ultraviolet-visible absorption and surface-enhanced Raman spectroscopy. *Applied spectroscopy*. **2006**, *60*, 1386-1391. DOI: 10.1366/000370206779321337.
- [2] Mohajeri, M.; Behnam, B.; Cicero, A. F.; Sahebkar, A. Protective effects of curcumin against aflatoxicosis: A comprehensive review. *Journal of Cellular Physiology*. **2017**, *233*, 3552-3577. DOI: 10.1002/jcp.26212.
- [3] Govindarajan, V. S. Turmeric – chemistry, technology and quality. *Critical Review in Food Science and Nutrition*. **1980**, *12*, 199 -301. DOI: 10.1080/10408398009527278
- [4] Silva, K.; Bolini, H. M. A.; Antunes, A. J. (2004). Soro de leite bovino em sorvete. *Alimentos e Nutrição*. **2004**, *15*, 187-196.
- [5] Custódio, H. C. Estudo do processo de extração das frações volátil e fixa de oleoresina de cúrcuma (*Curcuma Longa* L.). Dissertação, Universidade Federal de Goiás, Goiânia, G.O./Brasil, 2014.
- [6] Ricardo, N.G. Desenvolvimento e caracterização de leite fermentado com Viili adicionado de *Curcuma longa*. Dissertação, Universidade Estadual de Londrina. Londrina, P.R./Brasil, 2014.
- [7] Ak, T.; Gülçin, İ. Antioxidant and radical scavenging properties of curcumin. *Chemico-Biological Interactions*. **2008**, *174*, 27-37. DOI: 10.1016/j.cbi.2008.05.003.

- [8] Bordoloi, D.; Kunnumakkara, A. B. The Potential of Curcumin: A Multitargeting Agent in Cancer Cell Chemosensitization. *Role of Nutraceuticals in Cancer Chemosensitization*. **2018**, *2*, 31-60. DOI: 10.1016/B978-0-12-812373-7.00002-4.
- [9] Teymouri, M.; Pirro, M.; Johnston, T. P.; Sahebkar, A. Curcumin as a multifaceted compound against human papilloma virus infection and cervical cancers: A review of chemistry, cellular, molecular, and preclinical features. *BioFactors*. **2017**, *43*(3), 331-346. DOI: 10.1002/biof.1344.
- [10] Hammerschmidt, P. A.; Pratt, D. E. Phenolic antioxidants of dried soybeans. *Journal of Food Science*. **1978**, *43*, 556-559. DOI: 10.1111/j.1365-2621.1978.tb02353.x.
- [11] Morais, N.R.L.; Oliveira-Neto, F.B.; Melo, A.R.; Bertini, L.M.; Silva, F.F.M.; Alves, L. A. Prospecção fitoquímica e avaliação do potencial antioxidante de *Cnidocolusphyllacanthus* (müll. Arg.) Pax & k.hoffm. Oriundo de apodi – RN. *Revista Brasileira de Plantas Mediciniais*. **2016**, *18*, 180-185. DOI: 10.1590/1983-084X/15_058.
- [12] Costa, R. B.; Gazim, Z. C.; Iwanaga, C. C.; Golçalves, J. E.; Bernuci, K. Z.; Cortez, D. A. G. Análise química e avaliação da atividade antioxidante do óleo essencial dos rizomas da *Curcuma Zedoria* (Zingiberaceae). Apresentado no 17º workshop de Plantas Mediciniais do Mato Grosso do Sul. 7º Empório da Agricultura Familiar. Jun. 2015.
- [13] Patel, S. Functional food relevance of whey protein: A review of recent findings and scopes ahead. *Journal of Functional Foods*. **2015**, *19*, 308-319. DOI: 10.1016/j.jff.2015.09.040.
- [14] Souza, L. B. L.; Palmeira, M. E.; Palmeira, E. O. Eficácia do uso de whey protein associado ao exercício, comparada a outras fontes proteicas sobre a massa muscular de

indivíduos jovens e saudáveis. *Revista Brasileira de Nutrição Esportiva*. **2016**, 9(54), 607-613.

[15] Bergia, R. E.; Hudson, J. L.; Campbell, W. W. Effect of whey protein supplementation on body composition changes in women: a systematic review and meta-analysis. *Nutrition reviews*. **2018**, 76, 539-551. DOI: 10.1093/nutrit/nuy017.

[16] Davies, R.; Carson, B.; Jakeman, P. The Effect of Whey Protein Supplementation on the Temporal Recovery of Muscle Function Following Resistance Training: A Systematic Review and Meta-Analysis. *Nutrients*. **2018**, 10(2), 221. DOI: 10.3390/nu10020221.

[17] Naidu, S. T. O uso de whey protein no manejo da síndrome consumptiva em pacientes HIV+. *International Journal of Nutrology*. **2018**, 11, 42-50. DOI: 10.1055/s-0038-1669388.

[18] Vasconcelo, Q. D. J. S.; Bachur, T. P. R.; Aragão, G. F. Wheyprotein: composição, usos e benefícios—uma revisão narrativa/wheyprotein: composition, useandbenefits—a narrativereview. *European Journal of Physical Education and Sport Science*. **2018**, 4, 173-183. DOI:10.5281/zenodo.1161636.

[19] Cheng, S. H.; Tseng, Y. M.; Wu, S. H.; Tsai, S. M.; Tsai, L. Y. (2017). Selective effects of whey protein concentrate on glutathione levels and apoptosis in rats with mammary tumors. *Food and Chemical Toxicology*, **2017**, 107, 440-448. DOI: 10.1016/j.fct.2017.07.024.

[20] Awad, R. A.; Hassan, Z. M. R.; Farrag, A. F.; El-Sayed, M. M.; Soliman, T. N. The use of whey protein isolate in microencapsulation of curcumin. *International Journal of Food and Nutritional Sciences*. **2015**, 4, 125-131.

- [21] Hu, Y.; Kou, G.; Chen, Q.; Li, Y.; Zhou, Z. Protection and delivery of mandarin (*Citrus reticulata* Blanco) peel extracts by encapsulation of whey protein concentrate nanoparticles. *Food Science and Technology*. **2019**, *99*, 24-33. DOI: 10.1016/j.lwt.2018.09.044.
- [22] Jiang, S.; Cheng, J.; Jiang, Z.; Geng, H.; Sun, Y.; Sun, C.; Hou, J. (2018). Effect of heat treatment on physicochemical and emulsifying properties of polymerized whey protein concentrate and polymerized whey protein isolate. *Food Science and Technology*. **2018**, *98*, 134-140. DOI: 10.1016/j.lwt.2018.08.028.
- [23] Nishanthi, M.; Chandrapala, J.; Vasiljevic, T. Impact of storage conditions on solubility, heat stability and emulsifying properties of selected spray dried whey protein concentrates. *Food Science and Technology*. **2018**, *92*, 16-21. DOI:10.1016/j.lwt.2018.01.068.
- [24] Hatcher, H.; Planalp, R.; Cho, J.; Torti, F. M.; Torti, S. V. Curcumin: from ancient medicine to current clinical trials. *Cellular and Molecular Life Sciences*. **2008**, *65*, 1631-1652. DOI: 10.1007/s00018-008-7452-4.
- [25] Chin, S. F.; Iyer, K. S., Saunders, M.; St. Pierre, T. G.; Buckley, C.; Paskevicius, M.; Raston, C. L. Encapsulation and sustained release of curcumin using superparamagnetic silica reservoirs. *Chemistry—A European Journal*. **2008**, *15*, 5661-5665. DOI: 10.1002/chem.200802747.
- [26] Dar, O. A.; Malik, M. A.; Gull, P.; Hashmi, A. A. Curcumin and Its Derivatives—Isolation, Synthesis, and Applications. *Plant-Based Natural Products: Derivatives and Applications*. **2017**, 145-174. DOI: 10.1002/9781119423898.ch8.

- [27] Hardy, Z.; Jideani, V. A. Foam-mat drying technology: a review. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*. **2017**, *57*(12), 2560-2572. DOI: 10.1080/10408398.2015.1020359.
- [28] Salahi, M. R.; Mohebbi, M.; Taghizadeh, M. Development of cantaloupe (*Cucumis melo*) pulp powder using foam-mat drying method: Effects of drying conditions on microstructural of mat and physicochemical properties of powder. *Drying Technology*. **2017**, *35*(15), 1897-1908. DOI:10.1080/07373937.2017.1291518.
- [29] Chaux-Gutiérrez, A. M.; Santos, A. B.; Granda-Restrepo, D. M.; Mauro, M. A. Foam mat drying of mango: Effect of processing parameters on the drying kinetic and product quality. *Drying Technology*. **2017**, *35*, 631-641. DOI: 10.1080/07373937.2016.1201486.
- [30] Schuck, P.; Jeantet, R.; Bhandari, B.; Chen, X. D.; Perrone, Í. T.; de Carvalho, A. F.; Kelly, P. Recent advances in spray drying relevant to the dairy industry: A comprehensive critical review. *Drying Technology*. **2016**, *34*(15), 1773-1790. DOI: 10.1080/07373937.2016.1233114.
- [31] Schmitz-Schug, I.; Foerst, P.; Kulozik, U. Impact of the spray drying conditions and residence time distribution on lysine loss in spray dried infant formula. *Dairy Science & Technology*. **2013**, *93*, 443-462. DOI: 10.1007/s13594-013-0115-8.
- [32] Lara, W. H. Corantes naturais para fins alimentícios—padrões de identidade e qualidade. Monografia, Instituto Adolfo Lutz, São Paulo, S.P. 1984.
- [33] World Health Organization. Evaluation of certain food additives. Geneva, p.18-22, 2004. http://apps.who.int/iris/bitstream/10665/42849/1/WHO_TRS_922.pdf (acessado dez. 20, 2018).

- [34] Perrone, I. T.; Simeão, M.; Júnior, P. H. R.; Stephani, R. Carvalho, A. F. Influence of pilot spray dryer settings on moisture and water activity of whole milk powder. *Revista do Instituto De Laticínios Cândido Tostes*. **2013**, 68, 5-9. DOI: 10.5935/2238-6416.20130029.
- [35] Schuck, P.; Mejean, S.; Dolivet, A.; Jeantet, R. Thermohygroscopic Sensor: A Tool for Optimizing the Spray Drying Process. *Innova. Food Sci. Emerging Technol.* **2005**, 6(1), 45-50. DOI: 10.1016/j.ifset.2004.10.001.
- [36] De Paula, R. R. Estudo da cinética e influência dos métodos de secagem sobre as propriedades físico químicas de soro de leite. Dissertação, Universidade Federal do Espírito Santo, Alegre, E.S./Brasil, 2015.
- [37] Almeida, M. R.; Oliveira, K. D. S.; Stephani, R.; de Oliveira, L. F. C. Fourier-transform Raman analysis of milk powder: a potential method for rapid quality screening. *Journal of Raman Spectroscopy*. **2011**, 42(7), 1548-1552. DOI: 10.1002/jrs.2893.
- [38] Bloor, S. J. Overview of methods for analysis and identification of flavonoids. *Methods in Enzymology*. **2001**, 335, 2-14. DOI: 10.1016/S0076-6879(01)35227-8.
- [39] Singleton, V. L.; Orthofer, R.; Lamuela-Raventos, R. M. Analysis of total phenols and other oxidation substrates and antioxidants by means of Folin Ciocalteu reagent. *Methods in Enzymology*. **1999**, 299, 152-178. DOI: 10.1016/S0076-6879(99)99017-1.
- [40] Shehzad, A.; Qureshi, M.; Anwar, M. N.; Lee, Y. S. Multifunctional Curcumin Mediate Multitherapeutic Effects. *Journal of Food Science*. **2017**, 82(9), 2006-2015. DOI: 10.1111/1750-3841.13793.

- [41] Richard, B.; Le Page, J. F.; Schuck, P.; Andre, C.; Jeantet, R., Delaplace, G. Towards a better control of dairy powder rehydration processes. *International Dairy Journal*. **2013**, *31*, 18-28. DOI: 10.1016/j.idairyj.2012.07.007.
- [42] FOOD INGREDIENTS BRASIL. Dossiê Emulsificantes. *Food Ingredients Brasil*, **2013**, 1-20. http://revista-fi.com.br/upload_arquivos/201606/2016060526726001467053347.pdf (acessado Jan, 07, 2019).
- [43] Thorat, A. A.; Dalvi, S. V. Particle formation pathways and polymorphism of curcumin induced by ultrasound and additives during liquid antisolvent precipitation. *CrystEngComm*. **2014**, *16*(48), 11102-11114. DOI: 10.1039/C4CE02021A.
- [44] Beran, M.; Drahorad, J.; Vltavsky, O.; Urban, M.; Laknerova, I. (2018). Pilot-Scale Production and Application of Microparticulated Plant Proteins. *Journal of Nutrition & Food Sciences*. **2018**, *8*, 1-8. DOI: 10.4172/2155-9600.1000655.
- [45] Xu, D.; Xu, Y.; Liu, G.; Hou, Z.; Yuan, Y.; Wang, S.; ...Sun, B. Effect of carrier agents on the physical properties and morphology of spray-dried *Monascus* pigment powder. *Food Science and Technology*. **2018**, *98*, 299-305. DOI: 10.1016/j.lwt.2018.08.056.
- [46] Alves, A. I.; Rodrigues, M. Z.; Ribeiro Pinto, M. R. M.; Lago Vanzela, E. S.; Stringheta, P. C.; Perrone, Í. T.; Ramos, A. M. Morphological characterization of pequi extract microencapsulated through spray drying. *International Journal of Food Properties*. **2017**, *20*, 1298-1305. DOI:0.1080/10942912.2017.1343344.

- [47] Franco, T. S.; Perussello, C. A.; Ellendersen, L. N.; Masson, M. L. Effects of foam mat drying on physicochemical and microstructural properties of yacon juice powder. *Food Science and Technology*. **2016**, *66*, 503-513. DOI:10.1016/j.lwt.2015.11.009.
- [48] Fialho, T. L.; Martins, E.; Silveira, A. C. P.; Silva, C. R. D. J.; Perrone, Í. T., Schuck, P.; De Carvalho, A. F. Lactose hydrolyzed milk powder: Thermodynamic characterization of the drying process. *Drying Technology*. **2018**, *36*(8), 922-931. DOI: 10.1080/07373937.2017.1365725.
- [49] Silva, C. R. D.; Martins, E.; Silveira, A. C. P.; Simeão, M.; Mendes, A. L.; Perrone, Í. T.; Schuck, P.; Carvalho, A. F. Thermodynamic characterization of single-stage spray dryers: Mass and energy balances for milk drying. *Drying Technology*. **2017**, *35*, 1791-1798. DOI: 10.1080/07373937.2016.1275675.
- [50] Zhu, P.; Jeantet, R.; Dolivet, A.; Mejean, S.; Schuck, P. Caracterisation du comportement d'une tour de sechage pilote: Bilans massiques et thermiques. *Industries Alimentaires et Agricole*. **2009**, *126*, 23-29.
- [51] Bimbenet, J.J.; Schuck, P.; Roignant, M.; Brule, G.; Mejean, S. Heat balance of a multistage spray-dryer: Principles and example of application. *Le Lait*. **2002**, *82*(4), 541–551. DOI: 10.1051/lait:2002031.
- [52] Li, R.; Lin, D.; Roos, Y. H.; Miao, S. Glass transition, structural relaxation and stability of spray-dried amorphous food solids: A review. *Drying Technology*. **2018**, 1-14. DOI:10.1080/07373937.2018.1459680.
- [53] Zouari, A.; Perrone, Í. T.; Schuck, P.; Gaucheron, F.; Dolivet, A.; Attia, H.; Ayadi, M. A. Effect of outlet drying temperature and milk fat content on the physicochemical

characteristics of spray-dried camel milk powder. *Drying Technology*. **2018**, 1-10. DOI: 10.1080/07373937.2018.1526189.

[54] Thomas, M. E.; Scher, J.; Desobry-Banon, S.; Desobry, S. Milk powders ageing: Effect on physical and functional properties. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*. **2004**, 44(5), 297-322. DOI: 10.1080/10408690490464041.

[55] Schuck, P.; Dolivet, A.; Jeantet, R. Analytical Methods for Food and Dairy Powders; Wiley-Blackwell: Chichester, 2012.

[56] Chandralekha, A.; Rani, A., Tavanandi, H. A.; Amrutha, N.; Hebbar, U.; Raghavarao, K. S. M. S. Role of carrier material in encapsulation of yeast (*Saccharomyces cerevisiae*) by spray drying. *Drying Technology*. **2017**, 35(8), 1029-1042. DOI:10.1080/07373937.2016.1230626.

[57] Drosou, C. G.; Krokida, M. K.; Biliaderis, C. G. Encapsulation of bioactive compounds through electrospinning/electrospraying and spray drying: A comparative assessment of food-related applications. *Drying Technology*. **2017**, 35(2), 139-162. DOI: 10.1080/07373937.2016.1162797.

[58] Jafari, S. M.; Assadpoor, E.; He, Y.; Bhandari, B. Encapsulation efficiency of food flavours and oils during spray drying. *Drying Technology*. **2008**, 26, 816-835. DOI: 10.1080/07373930802135972.

[59] Schmitz-Schug, I.; Foerst, P.; Kulozik, U. Impact of the spray drying conditions and residence time distribution on lysine loss in spray dried infant formula. *Dairy Science & Technology*. **2018**, 93, 443-462. DOI:10.1007/s13594-013-0115-8.

- [60] Kolev, T. M.; Velcheva, E. A.; Stamboliyska, B. A.; Spitteller, M. DFT and experimental studies of the structure and vibrational spectra of curcumin. *International Journal of Quantum Chemistry*. **2005**, *102*, 1069-1079. DOI: 10.1002/qua.20469.
- [61] Koç, B.; Yilmazer, M. S.; Balkır, P.; Ertekin, F. K. (2010). Moisture sorption isotherms and storage stability of spray-dried yogurt powder. *Drying Technology*. **2018**, *28*, 816-822. DOI: 10.1080/07373937.2010.485083.
- [62] Stephani, R.; de Sá Oliveira, K.; de Almeida, C. E. R.; Perrone, Í. T., de Carvalho, A. F.; de Oliveira, L. F. C.; Almeida, M. R. Raman spectroscopy as a tool to identify modification of whey protein concentrate (WPC) during shelf life. *Food Packaging and Shelf Life*. **2017**, *11*, 1-9. DOI:10.1016/j.fpsl.2016.10.001.
- [63] Reis, F. R.; Oliveira, A. C.; Gadelha, G. G. P; Abreu, M. B.; Soares, H.I. Vacuum Drying for Extending Litchi Shelf-Life: Vitamin C, Total Phenolics, Texture and Shelf-Life Assessment. *Plant Foods for Human Nutrition*. **2017**, *72*, 120-125. DOI:10.1007/s11130-017-0602-9.
- [64] Mrad, N. D.; Boudhrioua, N.; Kechaou, N.; Courtois, F.; Bonazzi, C. Influence of air drying temperature on kinetics, physicochemical properties, total phenolic content and ascorbic acid of pears. *Food and Bioproducts Processing*. **2012**, *90*, 433-441. DOI: 10.1016/j.fbp.2011.11.009.
- [65] Britton, G. Carotenoids. In Hendry, G. F. (Ed.) Natural foods colorants. Blackie: New York, 1992. p.141-182.
- [66] Davey, M. W.; Montagu, M. V.; Inze, D.; Sanmartin, M., Kanellis, A.; Smirnoff, N.; Fletcher, J. Plant L-ascorbic acid: chemistry function metabolism bioavailability and

effects of processing. *Science of Food and Agriculture*. **2000**, *80*, 825-860. DOI: 10.1002/(SICI)1097-0010(20000515)80:7%3C825::AID JSFA598%3E3.0.CO;2-6.

[67] Lobo, F. A.; Nascimento, M. A.; Domingues, J. R.; Falcão, D. Q.; Hernanz, D.; Heredia, F. J.; Araujo, K. G. L. Foam mat drying of Tommy Atkins mango: Effects of air temperature and concentrations of soy lecithin and carboxymethylcellulose on phenolic composition, mangiferin, and antioxidant capacity. *Food Chemistry*. **2017**, *221*, 258-266. DOI: 10.1016/j.foodchem.2016.10.080.

[68] Nicoli, M. C.; Anese, M.; Parpinel, M. Influence of processing on the antioxidant properties of fruit and vegetables. *Trends Food Sci. Technol.* **1999**, *10*, 94-100. DOI: 10.1016/S0924-2244(99)00023-0.

[69] Turkmen, N.; Sari, F.; Velioglu, Y. S. The effect of cooking methods on total phenolics and antioxidant activity of selected green vegetables. *Food Chemistry*. **2004**, *93*, 713-718. DOI: 10.1016/j.foodchem.2004.12.038.

[70] Caric, M.; Kalab, M. Effects of drying techniques on milk powders quality and microstructure: a review. *Food Structure*. **1987**, *6*, 171-180.

[71] Dantas, D.; Pasquali, M. A.; Cavalcanti-Mata, M.; Duarte, M. E.; Lisboa, H. M. Influence of Spray Drying Conditions on the Properties of Avocado Powder Drink. *Food Chemistry*. **2018**, *266*, 284-291. DOI: 10.1016/j.foodchem.2018.06.016.

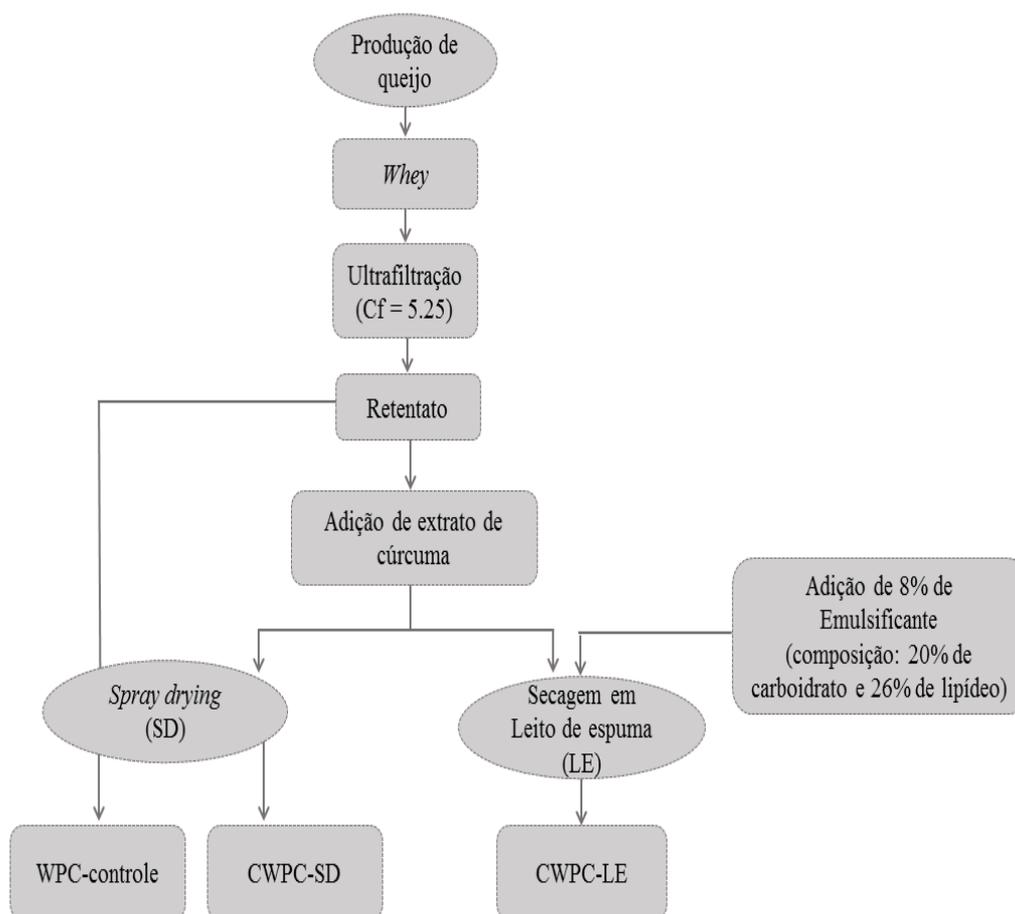


Figura 1. Fluxograma de produção das amostras.

Onde Cf: fator de concentração; WPC: concentrado proteico de soro de leite; CWPC-SD: concentrado proteico de soro de leite adicionado de extrato de cúrcuma por meio de secagem *spray drying*; CWPC-LE: concentrado proteico de soro de leite adicionado de extrato de cúrcuma por meio de secagem em leito de espuma.

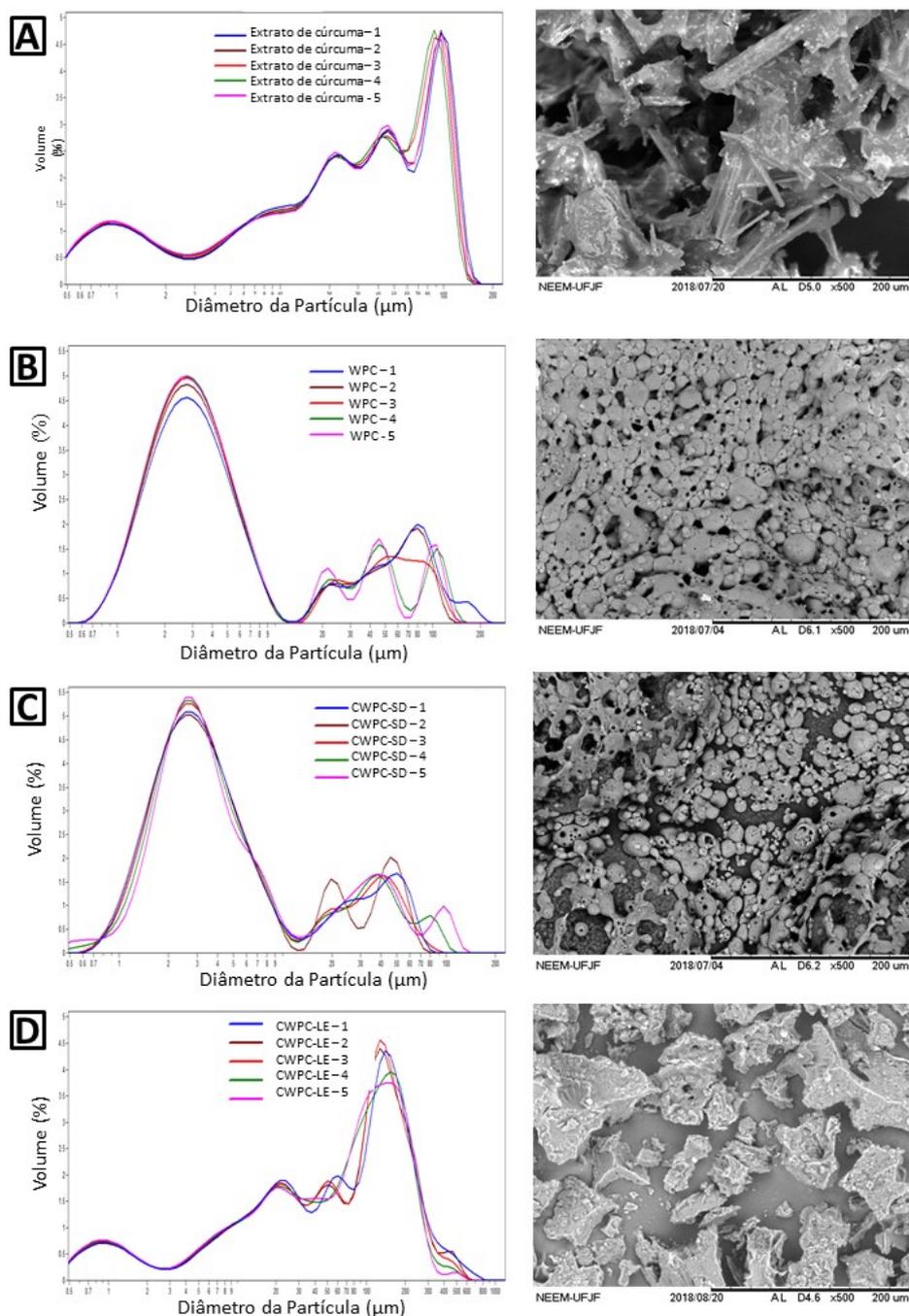


Figura 2. Resultados da análise de tamanho de partícula e microscopia eletrônica de varredura (x500): (A) extrato de cúrcuma; (B) concentrado proteico de soro de leite (WPC); (C) concentrado proteico de soro de leite adicionado de extrato de cúrcuma- *spray drying*; (D) concentrado proteico de soro de leite adicionado de extrato de cúrcuma - secagem em leito de espuma.

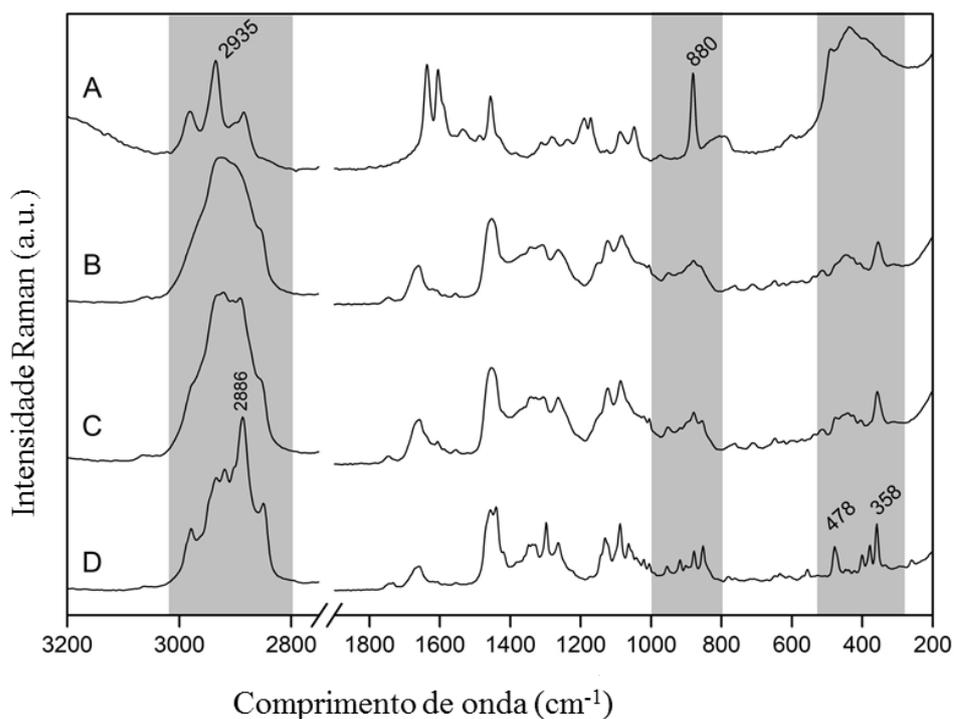


Figura 3. Espectroscopia Raman: (A) extrato de cúrcuma; (B) concentrado proteico de soro (controle); (C) concentrado proteico de soro de leite adicionado de extrato de cúrcuma - *spray drying*; (D) concentrado proteico de soro de leite adicionado de extrato de cúrcuma - secagem em leito de espuma.

Tabela 1. Características dos sistemas de secagem em leito de espuma e em *spray dryer*.

Atributo	<i>Spray dryer</i> (piloto)	Leito de espuma
Temperatura do ar de entrada	110 a 250 °C	40 a 90 °C
Temperatura do ar de saída	60 a 90 °C	40 a 90 °C
Tempo de residência do pó	6 a 17 s	65 a 540 min

Fonte: Hardy & Jideani, 2017; Salahi et al., 2017; Chaux-Gutiérrez et al., 2017; Schuck et al., 2017; Schmitz-Schug et al., 2013.^[27,28,29,30]

Tabela 2. Resultado do balanço energético x atividade de água durante a produção do concentrado proteico de soro de leite adicionado de extrato de cúrcuma.

Atributo	Método de Secagem	
	<i>Spray drying</i> (SD)	Leito de espuma (LE)
Água evaporada (g de água · kg de ar seco ⁻¹)	22,24 ± 0,21	4,35 ± 0,73
Tempo de secagem (minutos)	70 ± 10	540 ± 30
Atividade de água no pó (a _w)	0,16 ± 0,01	0,25 ± 0,05
Temperatura do ar de entrada (°C)	160 ± 0,50	70 ± 0,50
Temperatura do ar de saída (°C)	91 ± 2,02	68 ± 1,75

Dados expressos como médias ± desvio padrão.

Tabela 3. Concentração e percentual de perdas de compostos fenólicos totais, curcumina e capacidade antioxidante (em base úmida) nos concentrados proteicos de soro adicionados de extrato de cúrcuma (CWPC) por meio da secagem em leito de espuma e *spray drying* comparados com o controle.

Parâmetros	Amostras				
	Controle	CWPC-LE	%Perdas	CWPC-SD	%Perdas
Curcumina (mg/100 g amostra)	1,45 ± 0,03 ^A	0,87 ± 0,12 ^{Bb}	40,00	1,10 ± 0,22 ^{Ba}	24,13
Fenólicos totais (mg GAE/100 g amostra)	7,00 ± 0,00 ^A	2,00 ± 0,00 ^{Bb}	71,43	4,00 ± 0,01 ^{Ba}	57,14
Capacidade antioxidante (mmol trolox/ 100 g amostra)	6,00 ± 0,00 ^B	123 ± 0,29 ^{Ab}	-	182 ± 0,39 ^{Aa}	-

Dados expressos em base úmida.*Médias seguidas de mesma letra minúscula nas linhas não diferem pelo teste-t. Médias seguidas de mesma letra maiúscula nas linhas não diferem pelo teste de Dunnet (p <0,05). Controle: soro fluido, acrescido de extrato de cúrcuma e aroma de abacaxi; CWPC-LE: WPC adicionado de extrato de cúrcuma seco por leito de espuma; CWPC-SD: WPC adicionado de extrato de cúrcuma seco por *spray drying*; GAE: equivalentes de ácido gálico.

6. CONCLUSÕES GERAIS

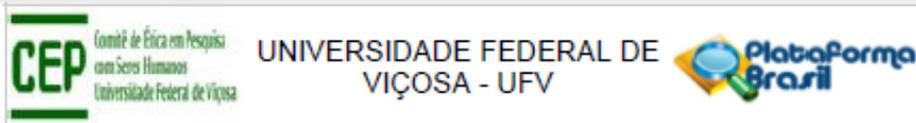
O CWPC-SD desenvolvido apresentou boa aceitação sensorial. Ao serem avaliadas as características nutricionais, observou-se que não houve perdas de vitamina C e que a capacidade antioxidante total aumentou em ambos os produtos. Não foram detectados carotenoides e riboflavina nas amostras. A adição do extrato de cúrcuma não alterou a composição centesimal no CWPC-SD, que se mostrou boa fonte de carboidratos, boa fonte de proteínas para homens e excelente fonte para mulheres.

O CWPC-SD demonstrou menores perdas de compostos fenólicos e curcumina. Além disso, demonstrou ser fonte de potássio e cálcio, boa fonte de fósforo e excelente fonte de vitamina C.

Em relação aos parâmetros tecnológicos, verificou-se que a adição do extrato de cúrcuma não alterou a morfologia e o tamanho de partículas do WPC quando seco por *spray drying*, indicando que não houve mudança nas propriedades de adesão entre as partículas, sendo preservada a capacidade de reidratação do pó. A produção do CWPC-SD foi mais eficiente em relação à secagem leite de espuma, visto ter apresentado menor atividade de água e menor tempo de secagem. No CWPC-SD, de acordo com os espectros Raman, não houve perdas do estado amorfo da lactose, portanto, a curcumina foi encapsulada.

7. ANEXOS

ANEXO 1- APROVAÇÃO DO PROJETO DE PESQUISA PELO COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA COM HUMANOS (UFV)



PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP

DADOS DO PROJETO DE PESQUISA

Título da Pesquisa: CONCENTRADO PROTEICO DE SORO DE LEITE ADICIONADO DE CÚRCUMA DESENVOLVIDO POR SECAGEM EM LEITO DE ESPUMA E SPRAY DRYING: ASPECTOS NUTRICIONAIS E TECNOLÓGICOS

Pesquisador: Ceres Mattos Della Lucia

Área Temática:

Versão: 2

CAAE: 83078218.5.0000.5153

Instituição Proponente: Departamento de Nutrição e Saúde

Patrocinador Principal: Financiamento Próprio

DADOS DO PARECER

Número do Parecer: 2.568.251

Apresentação do Projeto:

O presente protocolo foi enquadrado como pertencente à Área Temática ciências da saúde e conforme resumo apresentado no formulário online da Plataforma " O objetivo deste trabalho será desenvolver um concentrado proteico de soro de leite (WPC) enriquecido com cúrcuma (Cúrcuma longa L.) a partir de dois métodos de secagem (secagem em leito de espuma e spray drying). As análises de composição centesimal do WPC seguirão a metodologia da AOAC (2010). As concentrações de minerais serão determinadas por Espectrometria de Emissão Atômica em Plasma Indutivamente Acoplado (ICP-AES). A ocorrência e a concentração de carotenoides e vitaminas (vitamina C e riboflavina) serão realizadas por Cromatografia Líquida de Alta Eficiência (CLAE). Para determinação da concentração de curcumina será utilizada espectrofotometria. Os compostos fenólicos totais serão determinados utilizando o reagente Folin-Ciocalteu e a atividade antioxidante será determinada por espectrofotometria, utilizando o método do radical DPPH. Ainda, serão avaliados aspectos tecnológicos, como distribuição do tamanho, morfologia e aglomeração das partículas, espectros Raman, quimiometria, balanço de massa e solubilidade no produto obtido. O delineamento experimental será em blocos casualizados (DBC). A normalidade dos dados será avaliada pelo teste de Shapiro Wilk. Os

Endereço: Universidade Federal de Viçosa, Avenida PH Rolfs s/n, Edifício Arthur Bernardes
Bairro: Campus Universitário CEP: 36.570-900
UF: MG Município: VIÇOSA
Telefone: (31)3899-2492 E-mail: cep@ufv.br

Continuação do Parecer: 2.568.251

dados serão submetidos ao One-Way

ANOVA ou ao teste de Kruskal Wallis. Se necessário, as médias serão submetidas ao teste de Tukey. As análises serão realizadas no programa SAS (Statistical Analysis System), com $\alpha=5\%$. Espera-se contribuir com o desenvolvimento de um produto nutritivo, funcional e com elevado potencial de utilização industrial."

Objetivo da Pesquisa:

De acordo com os pesquisadores o Objetivo primário é: "Desenvolver um concentrado proteico de soro (WPC) enriquecido com cúrcuma (Cúrcuma Longa L.) a partir de dois métodos de secagem (secagem em leito de espuma e spray drying)." e o

Objetivo secundário: "- Obter um concentrado proteico de soro de leite (WPC) adicionado de cúrcuma a partir dos métodos de secagem por leito de espuma e spray

drying;- Determinar a acidez total titulável, pH, sólidos solúveis totais, cinzas, umidade, fibra alimentar total, proteínas, lipídios, carboidratos e

densidade calórica do soro de leite fluido, da cúrcuma e do produto obtido após a secagem pelos dois métodos;- Investigar a ocorrência,

concentração e estabilidade de minerais (Ca, Mg, Cu, Mn, Fe, Zn, Cr, Na, Se, K, e Mo) do soro de leite fluido, da cúrcuma e do produto obtido após

a secagem pelos dois métodos;- Determinar a ocorrência, concentração e estabilidade de vitamina C (ácido ascórbico), carotenoides (-caroteno, -

caroteno e licopeno), curcumina e riboflavina no soro de leite fluido, na cúrcuma e no produto obtido após a secagem pelos dois métodos;-

Determinar a concentração e a estabilidade dos compostos fenólicos totais e atividade antioxidante no soro de leite fluido, na cúrcuma e no produto

Continuação do Parecer: 2.568.251

obtido após a secagem pelos dois métodos; - Caracterizar os aspectos tecnológicos do concentrado proteico de soro de leite (distribuição do tamanho das partículas, morfologia e aglomeração das partículas, espectros Raman, quimiometria, balanço de massa e solubilidade);- Realizar a análise sensorial do produto desenvolvido."

Avaliação dos Riscos e Benefícios:

Os pesquisadores apresentam no formulário online da Plataforma os seguintes Riscos: "Um potencial risco envolvido nessa pesquisa está relacionado a uma possível contaminação das amostras, a qual poderia ocasionar algum episódio de desconforto gástrico aos voluntários. Tal risco será minimizado por meio da utilização de materiais descartáveis; higienização adequada dos utensílios; utilização de produtos dentro de seus prazos de validade; utilização de produtos de marcas conhecidas e confiáveis; descarte adequado das sobras das bebidas; e higienização adequada do local de pesquisa."

e os seguintes Benefícios: "Os benefícios aos participantes da pesquisa envolvem o auxílio no desenvolvimento de um produto, ainda inexistente no mercado, com maior qualidade nutricional. O aprimoramento dos atributos sensoriais do concentrado proteico de soro de leite adicionado de cúrcuma proporcionará, em última instância, benefícios a um possível fabricante interessado no desenvolvimento deste produto e aos possíveis consumidores."

Comentários e Considerações sobre a Pesquisa:

O presente estudo propõe-se que Matéria-prima Cúrcuma A cúrcuma (Cúrcuma Longa L.) será adquirida com produtores rurais da cidade de Viçosa, MG. A coleta das amostras se dará por diferentes pés, para obtenção de uma amostra representativa, sendo utilizado apenas o rizoma para condução deste estudo. As amostras serão transportadas ao Laboratório de Vitaminas do DNS/UFV. No laboratório, os rizomas serão selecionados, higienizados, descascados e acondicionados em sacos plásticos de polietileno na quantidade aproximada de 250 g. As embalagens serão lacradas, identificadas e armazenadas em freezer (-18 °C) até o momento de sua utilização. Durante todo este processo, as amostras serão mantidas sob proteção da luz solar e artificial, com a utilização de vidrarias âmbar, papel alumínio e cortinas do tipo "blackout". Soro de leite O soro de leite para a fabricação do concentrado proteico de soro será obtido do processamento de queijo Minas Frescal produzido pela Fundação Arthur Bernardes, em Viçosa, MG. O soro será armazenado em embalagens plásticas com tampa, identificadas e armazenadas em freezer (-18 °C) até o momento de sua utilização. Desenvolvimento de um concentrado

Endereço: Universidade Federal de Viçosa, Avenida PH Rolfs s/n, Edifício Arthur Bernardes
Bairro: Campus Universitário CEP: 36.570-900
UF: MG Município: VIÇOSA
Telefone: (31)3899-2492 E-mail: cep@ufv.br

Continuação do Parecer: 2.588.251

obtido após a secagem pelos dois métodos; - Caracterizar os aspectos tecnológicos do concentrado proteico de soro de leite (distribuição do tamanho das partículas, morfologia e aglomeração das partículas, espectros Raman, quimiometria, balanço de massa e solubilidade);- Realizar a análise sensorial do produto desenvolvido."

Avaliação dos Riscos e Benefícios:

Os pesquisadores apresentam no formulário online da Plataforma os seguintes Riscos: "Um potencial risco envolvido nessa pesquisa está relacionado a uma possível contaminação das amostras, a qual poderia ocasionar algum episódio de desconforto gástrico aos voluntários. Tal risco será minimizado por meio da utilização de materiais descartáveis; higienização adequada dos utensílios; utilização de produtos dentro de seus prazos de validade; utilização de produtos de marcas conhecidas e confiáveis; descarte adequado das sobras das bebidas; e higienização adequada do local de pesquisa."

e os seguintes Benefícios: "Os benefícios aos participantes da pesquisa envolvem o auxílio no desenvolvimento de um produto, ainda inexistente no mercado, com maior qualidade nutricional. O aprimoramento dos atributos sensoriais do concentrado proteico de soro de leite adicionado de cúrcuma proporcionará, em última instância, benefícios a um possível fabricante interessado no desenvolvimento deste produto e aos possíveis consumidores."

Comentários e Considerações sobre a Pesquisa:

O presente estudo propõe-se que Matéria-prima Cúrcuma A cúrcuma (Cúrcuma Longa L.) será adquirida com produtores rurais da cidade de Viçosa, MG. A coleta das amostras se dará por diferentes pés, para obtenção de uma amostra representativa, sendo utilizado apenas o rizoma para condução deste estudo. As amostras serão transportadas ao Laboratório de Vitaminas do DNS/UFV. No laboratório, os rizomas serão selecionados, higienizados, descascados e acondicionados em sacos plásticos de polietileno na quantidade aproximada de 250 g. As embalagens serão lacradas, identificadas e armazenadas em freezer (-18 °C) até o momento de sua utilização. Durante todo este processo, as amostras serão mantidas sob proteção da luz solar e artificial, com a utilização de vidrarias âmbar, papel alumínio e cortinas do tipo "blackout". Soro de leite O soro de leite para a fabricação do concentrado proteico de soro será obtido do processamento de queijo Minas Frescal produzido pela Fundação Arthur Bernardes, em Viçosa, MG. O soro será armazenado em embalagens plásticas com tampa, identificadas e armazenadas em freezer (-18 °C) até o momento de sua utilização. Desenvolvimento de um concentrado

Endereço: Universidade Federal de Viçosa, Avenida PH Rolfs s/n, Edifício Arthur Bernardes
Bairro: Campus Universitário CEP: 36.570-900
UF: MG Município: VIÇOSA
Telefone: (31)3899-2492 E-mail: cep@ufv.br

Continuação do Parecer: 2.568.251

proteico de soro (WPC) adicionado de cúrcuma por meio de dois métodos de secagem: leite de espuma e spray drying. Delineamento das secagens Será desenvolvido um concentrado proteico de soro adicionado de cúrcuma, utilizando dois métodos de secagem, sendo que para cada secagem haverá o produto controle (WPC produzido com o mesmo soro de leite utilizado nas formulações com cúrcuma). Como ainda não existe uma recomendação de consumo de curcumina e os estudos toxicológicos (BHAVANISHANKAR; SREENIVASA, 1987) mostram que, mesmo em doses elevadas, não foram encontrados efeitos toxicológicos, a quantidade de cúrcuma adicionada será testada. Desenvolvimento de WPC pelo método de secagem em leite de espuma A espuma obtida será disposta em bandejas de alumínio e colocada em secador de bandejas com circulação de ar na temperatura de 70 °C. As bandejas serão mantidas no equipamento até o momento em que toda a espuma for convertida em pó, sendo a umidade deste pó determinada previamente em testes iniciais para uniformidade das amostras (CRUZ, 2013). O material seco será removido das bandejas com auxílio de espátulas de plástico. O pó será colocado em embalagens plásticas com lacre, envolvidas com papel alumínio e armazenadas em freezer a -18 °C. Desenvolvimento de WPC pelo método spray drying O procedimento de secagem será conduzido em um secador de pulverização de nível único, modelo único (modelo MSD 1.0), equipado com um bico de pulverização de 1 mm de diâmetro (Labmaq, Brasil). As taxas de ar e de fluxo de produto, bem como a temperatura de entrada e de saída serão definidas mediante testes iniciais que serão realizados para definir características comuns entre as duas técnicas de secagem para que seja possível a comparação entre os métodos. Inicialmente será testado o WPC adicionado de cúrcuma (WPC+ C) na mesma temperatura do ar de entrada e o fluxo do WPC convencional (WPC) 170± 2 °C e 1 L h-1 (PERRONE et al., 2013). O produto obtido passará por análises físico-químicas (atividade de água, pH, acidez titulável, sólidos solúveis), de composição centesimal (umidade, proteínas, lipídios, carboidratos, fibra alimentar total, cinzas), minerais, vitamina C, carotenoides, riboflavina, curcumina, fenólicos totais e atividade antioxidante. Os aspectos tecnológicos também serão avaliados (Distribuição do tamanho de partícula dos WPCs desenvolvidos, reidratados por difração a laser, Microscopia eletrônica de varredura, Espectroscopia Raman, Quimiometria, Balanço de massa e Solubilidade). Análise sensorial Será realizada análise sensorial do WPC adicionado de cúrcuma obtido pelo método de secagem o qual mantiver maior estabilidade, dos parâmetros tecnológicos do desenvolvimento do produto e em relação aos aspectos nutricionais que serão avaliados.

Considerações sobre os Termos de apresentação obrigatória:

Documentos apresentados pelo pesquisador: Projeto completo, Cronograma, orçamento, Folha de

Endereço: Universidade Federal de Viçosa, Avenida PH Rolfs s/n, Edifício Arthur Bernardes
Bairro: Campus Universitário CEP: 36.570-900
UF: MG Município: VIÇOSA
Telefone: (31)3899-2492 E-mail: cep@ufv.br

Continuação do Parecer: 2.568.251

rosto, Ficha para análise sensorial, formulário on line, TCLE, autorização, todos apresentado em conformidade com a resolução.

Recomendações:

Quando da coleta de dados, o TCLE deve ser elaborado em duas vias, rubricado em todas as suas páginas e assinado, ao seu término, pelo convidado a participar da pesquisa ou responsável legal, bem como pelo pesquisador responsável, ou pessoa(s) por ele delegada(s), devendo todas as assinaturas constar na mesma folha.

Não é necessário apresentar os TCLEs assinados ao CEP/UFV. Uma via deve ser mantida em arquivo pelo pesquisador e a outra é do participante da pesquisa.

Conclusões ou Pendências e Lista de Inadequações:

Projeto aprovado.

Considerações Finais a critério do CEP:

Ao término da pesquisa é necessário apresentar, via notificação, o Relatório Final (modelo disponível no site www.cep.ufv.br). Após ser emitido o Parecer Consubstanciado de aprovação do Relatório Final, deve ser encaminhado, via notificação, o Comunicado de Término dos Estudos para encerramento de todo o protocolo na Plataforma Brasil.

Projeto aprovado autorizando o início da coleta de dados com os seres humanos a partir da data de emissão deste parecer.

Este parecer foi elaborado baseado nos documentos abaixo relacionados:

Tipo Documento	Arquivo	Postagem	Autor	Situação
Informações Básicas do Projeto	PB_INFORMAÇÕES_BASICAS_DO_PROJETO_1073057.pdf	14/03/2018 12:02:45		Aceito
Outros	Carta_Resposta_CEP.pdf	14/03/2018 12:01:34	Ceres Mattos Della Lucia	Aceito
Outros	Autorizacao_LAV.pdf	14/03/2018 12:01:06	Ceres Mattos Della Lucia	Aceito
Outros	Autorizacao_Eliana.pdf	14/03/2018 12:00:45	Ceres Mattos Della Lucia	Aceito
Cronograma	CRONOGRAMA_MODIFICADO.pdf	14/03/2018 12:00:07	Ceres Mattos Della Lucia	Aceito
TCLE / Termos de Assentimento / Justificativa de	TCLE_MODIFICADO.pdf	14/03/2018 11:59:50	Ceres Mattos Della Lucia	Aceito

Endereço: Universidade Federal de Viçosa, Avenida PH Rolfs s/n, Edifício Arthur Bernardes
Bairro: Campus Universitário **CEP:** 36.570-900
UF: MG **Município:** VIÇOSA
Telefone: (31)3899-2492 **E-mail:** cep@ufv.br

Continuação do Parecer: 2.588.251

Ausência	TCLE_MODIFICADO.pdf	14/03/2018 11:59:50	Ceres Mattos Della Lucia	Aceito
Projeto Detalhado / Brochura Investigador	PROJETO_MODIFICADO.pdf	14/03/2018 11:59:37	Ceres Mattos Della Lucia	Aceito
Outros	Ficha.pdf	07/02/2018 10:50:39	Ceres Mattos Della Lucia	Aceito
Folha de Rosto	folha.pdf	07/02/2018 10:47:06	Ceres Mattos Della Lucia	Aceito
Orçamento	ORCAMENTO.pdf	06/02/2018 15:07:53	Ceres Mattos Della Lucia	Aceito
Projeto Detalhado / Brochura Investigador	Projeto.pdf	06/02/2018 15:04:38	Ceres Mattos Della Lucia	Aceito
TCLE / Termos de Assentimento / Justificativa de Ausência	TCLE.pdf	06/02/2018 15:04:23	Ceres Mattos Della Lucia	Aceito
Cronograma	CRONOGRAMA.pdf	06/02/2018 14:52:37	Ceres Mattos Della Lucia	Aceito

Situação do Parecer:

Aprovado

Necessita Apreciação da CONEP:

Não

VICOSA, 28 de Março de 2018

Assinado por:

HELEN HERMANA MIRANDA HERMSDORFF
(Coordenador)

ANEXO 2- COMPRIMENTOS DE ONDA UTILIZADOS PARA ANÁLISE DOS ELEMENTOS QUÍMICOS.

Elementos Químicos	Comprimento de onda utilizado (nm)
Ca	317,933
Cd	214,440
Cr	267,716
Cu	224,700
Fe	259,939
K	404,721
Mg	282,213
Mn	259,372
Na	589,592
Ni	231,604
P	213,617
Pb	220,353
Zn	213,857

8. APÊNDICE

APÊNDICE 1- TERMO DE CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO (TCLE)

TERMO DE CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO (TCLE)

O Sr.(a) está sendo convidado(a) como voluntário(a) a participar da pesquisa “Concentrado proteico de soro de leite adicionado de cúrcuma desenvolvido por secagem em leito de espuma e *spray drying*: aspectos nutricionais e tecnológicos”. Nesta pesquisa pretendemos desenvolver um concentrado proteico de soro de leite (WPC) enriquecido com cúrcuma (*Cúrcuma Longa L.*) a partir de dois métodos de secagem (secagem em leito de espuma e *spray drying*).

O motivo que nos leva a realizar este estudo é oferecer para a indústria de alimentos e aos consumidores de *whey protein* um novo produto com maior qualidade tecnológica e nutricional, que atenda suas necessidades diárias.

No presente estudo será desenvolvido um novo produto produzido a partir do concentrado proteico de soro de leite o qual passará por análise sensorial. O julgador receberá uma ficha em que, será solicitado que indique a sua aceitação em relação ao novo produto, por meio da escala hedônica de nove pontos ancorada nos termos (“Gostei extramente”) a 1 ponto (“Desgostei extremamente”).

Riscos, benefícios e despesas aos participantes da pesquisa

Um potencial risco envolvido nessa pesquisa está relacionado a uma possível contaminação das amostras, a qual poderia ocasionar algum episódio de desconforto gástrico aos voluntários. Tal risco será minimizado por meio da utilização de materiais descartáveis; higienização adequada dos utensílios; utilização de produtos dentro de seus prazos de validade; utilização de produtos de marcas conhecidas e confiáveis; descarte adequado das sobras das bebidas; e higienização adequada do local de pesquisa.

Os benefícios aos participantes da pesquisa envolvem o auxílio no desenvolvimento de um produto, ainda inexistente no mercado, com maior qualidade nutricional. O aprimoramento dos atributos sensoriais do concentrado proteico de soro de leite adicionado de cúrcuma proporcionará, em última instância, benefícios a um possível fabricante interessado no desenvolvimento deste produto e aos possíveis consumidores.

Para participar deste estudo o Sr.(a) não terá nenhum custo nem receberá qualquer

vantagem financeira. Apesar disso, caso sejam identificados e comprovados danos provenientes desta pesquisa, o Sr.(a) tem assegurado o direito à indenização. O Sr.(a) tem garantida plena liberdade de recusar-se a participar ou retirar seu consentimento, em qualquer fase da pesquisa, sem necessidade de comunicado prévio. A sua participação é voluntária e a recusa em participar não acarretará qualquer penalidade ou modificação na forma em que o Sr.(a) é atendido(a) pelo pesquisador. Os resultados da pesquisa estarão à sua disposição quando finalizada. O(A) Sr.(a) não será identificado(a) em nenhuma publicação que possa resultar. Seu nome ou o material que indique sua participação não serão liberados sem a sua permissão.

Este termo de consentimento encontra-se impresso em duas vias originais, sendo que uma será arquivada pelo pesquisador responsável, no Laboratório de Análise de Vitaminas e a outra será fornecida ao Sr.(a).

Os dados e instrumentos utilizados na pesquisa ficarão arquivados com o pesquisador responsável por um período de 5 (cinco) anos após o término da pesquisa, e depois desse tempo serão destruídos. Os pesquisadores tratarão a sua identidade com padrões profissionais de sigilo e confidencialidade, atendendo à legislação brasileira, em especial, à Resolução 466/2012 do Conselho Nacional de Saúde, e utilizarão as informações somente para fins acadêmicos e científicos.

Eu, _____, contato _____, fui informado (a) dos objetivos da pesquisa “Concentrado proteico de soro de leite adicionado de cúrcuma desenvolvido por secagem em leito de espuma e *spray drying*: aspectos nutricionais e tecnológicos”, de maneira clara e detalhada, e esclareci minhas dúvidas. Sei que a qualquer momento poderei solicitar novas informações e modificar minha decisão de participar se assim o desejar. Declaro que concordo em participar. Recebi uma via original deste termo de consentimento livre e esclarecido e me foi dada a oportunidade de ler e esclarecer minhas dúvidas.

Viçosa, ____ de _____ de _____.

Assinatura do Orientador da Pesquisa

Assinatura do Pesquisador

Assinatura do Participante

Nome do Pesquisador Responsável: Ceres Mattos Della Lucia

Endereço: Avenida Peter Henry Rolfs - Campus Universitário.

CEP: 36570-900

Telefone:(31) 98659-7011

E-mail: cmdellalucia@ufv.br

Em caso de discordância ou irregularidades sob o aspecto ético desta pesquisa, você poderá consultar:

CEP/UFV – Comitê de Ética em Pesquisa com Seres Humanos

Universidade Federal de Viçosa

Edifício Arthur Bernardes, piso inferior

Av. PH Rolfs, s/n – Campus Universitário

Cep: 36570-900 Viçosa/MG

Telefone: (31)3899-2492

E-mail: cep@ufv.br

www.cep.ufv.br

APÊNDICE 2-FICHA DE AVALIAÇÃO PARA O TESTE DE PREFERÊNCIA

ANÁLISE SENSORIAL- *Whey Protein*

Nome: _____ Data: _____

Por favor, prove as amostras codificadas da esquerda para a direita. Ordene-as de acordo com a sua preferência, colocando o número 1 para a preferida, o número 2 para a segunda preferida etc., em frente ao código da amostra. Enxágue a boca com água entre as avaliações e espere trinta segundos.

CÓDIGO	ORDEM DE PREFERÊNCIA
148	_____
362	_____
479	_____
620	_____

Comentários: _____

APÊNDICE 3-FICHA DE AVALIAÇÃO PARA O TESTE DE ACEITAÇÃO

ANÁLISE SENSORIAL- *Whey Protein*

Nome: _____ Data: _____

Sexo: M () F () Idade: _____ anos

Por favor, avalie a amostra servida e indique o quanto você gostou ou desgostou do produto. Marque a resposta que melhor reflita seu julgamento.

Código da Amostra: _____

- () Gostei extremamente
- () Gostei muito
- () Gostei moderadamente
- () Gostei ligeiramente
- () Indiferente
- () Desgostei ligeiramente
- () Desgostei moderadamente
- () Desgostei muito
- () Desgostei extremamente

Comentários: _____
