



**UNIVERSIDADE ESTADUAL DA PARAÍBA
CAMPUS I – CAMPINA GRANDE
CENTRO DE CIÊNCIAS BIOLÓGICAS E DA SAÚDE
CURSO DE BACHARELADO EM FARMÁCIA**

ISADORA KALINE CAMELO PIRES DE OLIVEIRA GALDINO

**DETERMINAÇÕES BROMATOLÓGICAS EM SORO DE QUEIJO DE CABRA
UTILIZANDO A ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO PRÓXIMO (NIR)**

**CAMPINA GRANDE
2016**

ISADORA KALINE CAMELO PIRES DE OLIVEIRA GALDINO

**DETERMINAÇÕES BROMATOLÓGICAS EM SORO DE QUEIJO DE CABRA
UTILIZANDO A ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO PRÓXIMO (NIR)**

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado ao Departamento de Farmácia da Universidade Estadual da Paraíba em cumprimento à exigência para a obtenção do grau de Bacharel em Farmácia.

Orientadora:

Prof.^a Dr.^a Flávia Carolina Alonso Buriti

Co-orientador:

Prof. Dr. José Germano Veras Neto

**CAMPINA GRANDE
2016**

É expressamente proibida a comercialização deste documento, tanto na forma impressa como eletrônica. Sua reprodução total ou parcial é permitida exclusivamente para fins acadêmicos e científicos, desde que na reprodução figure a identificação do autor, título, instituição e ano da dissertação.

G149d Galdino, Isadora Kaline Camelo Pires de Oliveira.
Determinações bromatológicas em soro de queijo de cabra utilizando a espectroscopia de infravermelho próximo (NIR) [manuscrito] / Isadora Kaline Camelo Pires de Oliveira Galdino. - 2016.
52 p.

Digitado.
Trabalho de Conclusão de Curso (Graduação em FARMÁCIA) - Universidade Estadual da Paraíba, Centro de Ciências Biológicas e da Saúde, 2016.
"Orientação: Profa. Dra. Flávia Carolina Alonso Buriti, Departamento de FARMÁCIA".

1. Soro lácteo caprino. 2. Composição centesimal. 3. Espectroscopia NIR. 4. Determinações bromatológicas. I. Título.
21. ed. CDD 660

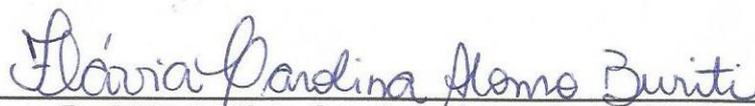
ISADORA KALINE CAMELO PIRES DE OLIVEIRA GALDINO

**DETERMINAÇÕES BROMATOLÓGICAS EM SORO DE QUEIJO DE CABRA
UTILIZANDO A ESPECTROSCOPIA DE INFRAVERMELHO PRÓXIMO (NIR)**

Trabalho de Conclusão de Curso
apresentado ao Departamento de
Farmácia da Universidade Estadual da
Paraíba em cumprimento à exigência para
a obtenção do grau de Bacharel em
Farmácia.

Aprovada em: 06 / 05 / 2016

BANCA EXAMINADORA



Prof.^a Dr.^a Flávia Carolina Alonso Buriti (Orientadora)
Universidade Estadual da Paraíba (UEPB)



Prof.^a Dr.^a Eliane Rolim Florentino
Universidade Estadual da Paraíba (UEPB)



Prof. Dr. Paulo Henrique Gonçalves Dias Diniz
Universidade Estadual da Paraíba (UEPB)

DEDICATÓRIA

*A quem me ama e de mim cuida;
desperta-me e faz-me dormir; cura-me e
sustenta-me; dá-me de beber rios de
água eterna: **DEUS!***

*Aos meus pais, **Francisca e
Oswaldo** pelo amor, compreensão e
incentivo ao longo de minha vida.*

*Ao meu esposo **Luis** pelo amor que
sentimos um pelo outro e pela paciência
todos os dias dessa caminhada.*

*Ao meu filho **Esdras** pela
oportunidade de sentir a mais pura
forma de amor.*

Dedico

AGRADECIMENTOS

Acima de tudo, a Deus, por ter me dado à vida e sabedoria suficiente para ultrapassar todos os obstáculos.

A todos da minha família que, de alguma forma, incentivaram-me na constante busca pelo conhecimento. Em especial aos meus pais Osvaldo e Francisca por nunca terem medido esforços para que eu chegasse até aqui.

Ao meu esposo Luis que mais uma vez esteve comigo em todos os momentos, pelo apoio incondicional, pela compreensão em tantos momentos de ausência.

À minha orientadora, professora Dr.^a Flávia Carolina Alonso Buriti pela orientação, paciência, apoio, amizade e compreensão durante todo o curso.

Ao meu co-orientador Prof. Dr. José Germano Veras Neto pelo apoio, paciência e disponibilidade.

À banca examinadora.

À Embrapa Caprinos e Ovinos (Sobral - CE), pelo material cedido à pesquisa.

Ao Núcleo de Pesquisa em Alimentos (NUPEA/UEPB) e todos seus funcionários, pela colaboração para a realização da pesquisa.

Aos laboratórios de Química Analítica Quantitativa (LQAQ/UEPB) e de Armazenamento e Processos de Produtos Agrícolas (LAPPA/UFCG) pela parceria.

E a todos que de alguma forma contribuíram para a conclusão deste trabalho.

RESUMO

No Brasil, verifica-se ao longo dos últimos anos um aumento na produção e consumo de queijos. Associado a este aumento, verifica-se também a necessidade de criar alternativas para a utilização do soro. É de grande importância o conhecimento da composição do soro lácteo utilizado como ingrediente no desenvolvimento de diversos produtos. Os métodos de determinação bromatológica exigem tempo, mão de obra treinada e requerem grande quantidade de reagentes para sua execução. Sendo assim, o presente trabalho teve como objetivo determinar a composição centesimal de diferentes lotes de soro de leite de cabra e avaliar o uso da análise espectroscópica de infravermelho próximo (NIR) como técnica alternativa para a obtenção dos parâmetros bromatológicos destas amostras. O soro foi, portanto, submetido às análises bromatológicas (umidade, sólidos totais, cinzas, proteínas, lipídeos e carboidratos por diferença) pelo método de referência e por espectroscopia NIR. Os dados espectrais foram submetidos aos tratamentos de correção de linha de base e alisamento Savitzky-Golay. As médias da composição do soro para as determinações realizadas foram condizentes com o citado pela literatura. Verificou-se também que a composição do soro não variou significativamente ($p > 0,05$) entre as amostras produzidas no inverno e no verão. Os modelos foram construídos utilizando a regressão por mínimos quadrados parciais individualmente para cada variável dependente (PLS1). Os modelos obtidos a partir das análises de NIR com maior ajuste foram alcançados sem o tratamento dos dados para a determinação de lipídeos (R^2 de calibração, raiz do erro quadrático médio de calibração - RMSEC, R^2 de predição e raiz do erro quadrático médio de predição - RMSEP de 0,99, 0,0053, 0,64 e 0,068, respectivamente) e proteínas (R^2 de calibração, RMSEC, R^2 de predição e RMSEP de 0,63, 0,11, 0,56 e 0,15, respectivamente). Os resultados demonstram o potencial do uso da espectroscopia NIR na determinação de lipídeos em soro de queijo de cabra, com reduzido tempo e menor gasto com pessoal, amostras e reagentes.

Palavras chaves: Soro lácteo caprino. Composição centesimal. Espectroscopia NIR

ABSTRACT

The production and consumption of cheeses increased in Brazil during the last years. Related to this increase, it is necessary to create alternatives to the use of whey. It is very important to know the composition of the whey before the use of this ingredient in the development of several food products. Performing the traditional bromatological analysis requires time, qualified personnel and expensive reagents. The objective of this study was to analyse the mean composition of different batches of goat whey and to evaluate the employment of near infrared spectroscopy (NIR) as an alternative method to obtain the bromatological parameters of these samples. Therefore, the whey was subjected to chemical analysis (moisture, total solids, ash, proteins, fat and carbohydrate by difference) using the reference methods and NIR spectroscopy. Spectral data were subjected to baseline correction treatment and Savitzky-Golay smoothing filter. The whey composition verified in this study were in accordance with the literature. It was also verified that the whey composition did not differ significantly ($p > 0.05$) between samples produced in summer and winter. The models were constructed using partial least squares regression for each dependent variable individually (PLS1). The models with the highest fitness obtained for the NIR results were achieved when no treatment were performed for fat and protein data (calibration R^2 , root mean square error of calibration - RMSEC, prediction R^2 , mean square error of prediction – RMSEP of 0.99, 0.0053, 0.64, 0.068, respectively for fat and calibration R^2 , RMSEC, prediction R^2 , RMSEP of 0.63, 0.11, 0.56, 0.15, respectively for protein). These results demonstrate the potential use of NIR spectroscopy for fat analysis in goat cheese whey, reducing time and the expenses with personnel, samples and reagents.

Keywords: Goat cheese whey. Mean composition. NIR spectroscopy.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

| | |
|--|----|
| Figura 1 - Faixa espectral de infravermelho próximo entre 700 a 1800 nm obtida para os diferentes lotes de soro de queijo de cabra. | 32 |
| Figura 2 - Espectros de infravermelho próximo entre 866 a 1400 nm obtidos para os diferentes lotes soros de queijo de cabra. | 32 |
| Apêndice 1 - Valores de umidade em diferentes lotes de soro de queijo de cabra (média ± desvio padrão) | 47 |
| Apêndice 2 - Valores de sólidos totais em diferentes lotes de soro queijo de cabra (média ± desvio padrão)..... | 48 |
| Apêndice 3 - Valores de cinzas em diferentes lotes de soro queijo de cabra (média ± desvio padrão)..... | 49 |
| Apêndice 4 - Valores de proteínas em diferentes amostras de soro de queijo de cabra (média ±desvio padrão)..... | 50 |
| Apêndice 5 - Valores de lipídeos em diferentes amostras de soro de queijo de cabra (média ±desvio padrão)..... | 51 |
| Apêndice 6 - Valores de carboidratos por diferença em diferentes amostras de soro queijo de cabra (média ± desvio padrão). | 52 |

LISTA DE TABELAS

| | |
|--|----|
| Tabela 1 – Média da composição centesimal do soro de queijo de cabra. | 29 |
| Tabela 2 - Média (\pm desvio padrão) da composição centesimal do soro de queijo de cabra para as estações do ano primavera-verão ¹ e outono-inverno ² | 31 |
| Tabela 3 – Resultados da calibração e predição por PLS1 para o teor de umidade das amostras de soro de queijo de cabra..... | 33 |
| Tabela 4 - Resultados da calibração e predição por PLS para o teor de sólidos totais das amostras de soro de queijo de cabra..... | 34 |
| Tabela 5 - Resultados da calibração e predição por PLS para o teor de cinzas das amostras de soro de queijo de cabra. | 35 |
| Tabela 6 - Resultados da calibração e predição por PLS para o teor de lipídeos das amostras de soro de queijo de cabra. | 35 |
| Tabela 7 – Teor de lipídeos: valores preditos vs. Valores de referência (%) e erro relativo (%) | 36 |
| Tabela 8 – Resultados da calibração e predição por PLS para o teor de proteínas das amostras de soro de queijo de cabra..... | 36 |
| Tabela 9 – Teor de proteínas: valores preditos vs. Valores de referência (%) e erro relativo (%) | 37 |
| Tabela 10 – Resultados da calibração e predição por PLS par o teor de carboidratos das amostras de soro de queijo de cabra..... | 38 |

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABIQ – Associação Brasileira de Indústrias de Queijo

ANOVA – Análise de Variância

ANN– Rede Neural Artificial

DBO – Demanda Bioquímica de Oxigênio

MSC – Correção multiplicativa de sinal

NIR – Região de Infravermelho Próximo

PCR – Regressão por Componentes Principais

PLS – Regressão por Mínimos Quadrados Parciais

pH – Potencial hidrogênio iônico.

R² – Coeficiente de determinação

RMSEC – Erro Quadrático Médio de Calibração

RMSEP – Erro Quadrático médio de previsão

MLR – Regressão Linear Múltipla

SVM – Máquina de vetores de suporte

SEC – Erro padrão de Calibração

SEV – Erro padrão de Validação

SG1211 – primeira derivada Savitzky Golay, segundo polinômio, janela 11

UHT- Temperatura Ultra Alta

SUMÁRIO

| | |
|--|-----------|
| 1 INTRODUÇÃO | 12 |
| 2 OBJETIVOS | 14 |
| 2.1 Objetivo geral | 14 |
| 2.2 Objetivo Específico | 14 |
| 3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA | 15 |
| 3.1 Caprinocultura leiteira | 15 |
| 3.2 Leite de cabra | 16 |
| 3.3 – Soro do queijo | 17 |
| 3.4. Espectroscopia de infravermelho próximo (NIRS)..... | 19 |
| 3.5 Quimiometria | 20 |
| 3.5.1 Definição e aplicações | 20 |
| 3.5.2 Calibração multivariada | 21 |
| 3.5.3 Pré-tratamento dos dados | 21 |
| 3.5.4 Construção do modelo de calibração..... | 22 |
| 3.5.5 Qualidade de um modelo de calibração..... | 22 |
| 3.5.6 Validação | 23 |
| 4 METODOLOGIA | 24 |
| 4.1 Obtenção do soro fluido..... | 24 |
| 4.2 Análises bromatológicas..... | 24 |
| 4.2.1 Análise Sólidos totais e Umidade..... | 24 |
| 4.2.2 Análise de Cinzas | 25 |
| 4.2.3 Análise de Lipídeos..... | 25 |
| 4.2.4 Determinação de proteínas pelo Método de Kjeldahl | 26 |
| 4.2.5 Determinação do teor de carboidratos por diferença | 27 |
| 4.3 Analise Espectroscópica no Infravermelho Próximo | 27 |
| 4.4 Análise Estatística | 27 |
| 4.4.1 Modelos de Calibração | 28 |
| 5. RESULTADOS E DISCUSSÃO | 29 |
| 5.1 Composição centesimal do soro de queijo de cabra..... | 29 |

| | |
|--|-----------|
| 5.2 Espectros NIR..... | 31 |
| 5.3 Modelos de Calibração e Predição para Umidade | 33 |
| 5.4 Modelos de Calibração e Predição para Sólidos Totais..... | 34 |
| 5.5 Modelos de Calibração e Predição para Cinzas..... | 34 |
| 5.6 Modelos de Calibração e Predição para Lipídeos..... | 35 |
| 5.7 Modelos de Calibração e Predição para Proteínas | 36 |
| 5.8 Modelos de Calibração e Predição para Carboidratos | 38 |
| REFERÊNCIAS..... | 40 |
| APÊNDICES | 46 |

1 INTRODUÇÃO

O leite é utilizado como alimento básico em todas as faixas etárias na dieta humana por ser um dos produtos mais completos do ponto de vista nutricional e por possuir alta digestibilidade, indiscutível valor biológico e excelente fonte de proteínas e cálcio (SANTOS, 2011).

No Brasil, a caprinocultura é uma atividade realizada principalmente por pequenos produtores. De acordo com a pesquisa de Produção Pecuária Municipal (PPM) divulgada no ano de 2013 pelo Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística, a caprinocultura tem se concentrado fortemente na região Nordeste, correspondendo a 91,4% do rebanho nacional. A Bahia foi o estado com o maior efetivo desta espécie 28%, seguido dos estados de Pernambuco (22,5%), Piauí (14,1%) e Ceará (11,7%). Naquele ano, a Paraíba possuía 5,45% do efetivo nacional (INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFICA E ESTATÍSTICA, 2013).

De acordo com o último censo agropecuário, a Paraíba despontava como o maior produtor de leite de cabra do país com uma produção média de meio milhão de litros/mês, produzida por criadores agregados em 22 associações rurais, na região do Cariri paraibano (INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFICA E ESTATÍSTICA, 2006).

As características químicas do leite de cabra e suas propriedades o definem como um alimento com grande potencial econômico, pois permite que seja utilizado na fabricação de uma ampla variedade de produtos incluindo bebidas fluidas com baixo teor de gordura, fortificado ou aromatizadas, leite UHT, produtos fermentados como soro de leite coalhado, queijos e iogurtes, sorvetes, manteiga, doces e balas (RIBEIRO; RIBEIRO, 2010).

O soro representa de 80 a 90% do volume total do leite utilizado durante a produção de queijos e contém aproximadamente 55 a 60% dos nutrientes do leite: proteínas solúveis, lactose, vitaminas, minerais e uma quantidade mínima de gordura (ALVES, MOREIRA, RODRIGUES; COSTA et al., 2014).

O soro de queijo é um resíduo altamente poluidor ao meio ambiente devido à sua alta taxa de matéria orgânica (COSTA et al., 2014). Esse fato aliado ao valor nutricional direciona o meio científico ao estudo para a criação de alternativas viáveis para o seu aproveitamento. Segundo Silva (2011), o processamento mais

simples e econômico para a utilização do soro é o retorno ainda fluido para a linha de processamento. A composição química de insumos e produtos deve ser sempre analisada nos pequenos laticínios e nas indústrias em razão dos padrões mínimos de qualidade (físicos, químicos, microbiológico e sensoriais) exigidos pelo Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (VENTUROSOS et al., 2007).

Segundo Venturoso et al. (2007), o conhecimento da composição química do leite é fator de grande importância para a fabricação de produtos lácteos fermentados ou não. Essa importância do conhecimento da composição aplica-se também ao soro de queijo utilizado como ingrediente no desenvolvimento de diversos produtos. Existem vários métodos bem estabelecidos para as determinações físico-químicas, dentre os quais aqueles adotados pela legislação vigente como sendo oficiais (BRASIL, 2006). No entanto esses métodos exigem tempo, mão de obra treinada e requerem grande quantidade de reagentes para sua execução.

Sendo assim, faz-se necessário o uso de novas tecnologias, rápidas, confiáveis, que não gerem resíduos e demanda de mão de obra especializada, para facilitar avaliação da qualidade do leite e do soro lácteo.

Nesse contexto, a espectroscopia de infravermelho próximo tornou-se alvo de estudo contínuo, pois é uma técnica que possui as características de não destruir as amostras, não produzir resíduo e resultar em economia de tempo e pessoal. É, portanto, um método de análise que oferece vantagens para a o controle de qualidade de alimentos.

2 OBJETIVOS

2.1 Objetivo geral

Determinar a composição centesimal de diferentes lotes de soro de queijo de cabra e avaliar o uso da análise espectroscópica de infravermelho próximo (NIRS) como método alternativo para a obtenção dos parâmetros bromatológicos destas amostras.

2.2 Objetivo Específico

- Determinar a composição centesimal de diferentes lotes de soro de queijo de cabra pelo método de referência.
- Comparar a composição centesimal das amostras produzidas em diferentes estações do ano.
- Analisar os diferentes lotes de soro de queijo de cabra pela técnica de espectroscopia NIR.
- Avaliar o uso da espectroscopia NIR, em termos do RMSEC e R^2 de calibração e predição, para a obtenção de parâmetros bromatológicos das amostras de soro de queijo de cabra.

3 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

3.1 Caprinocultura leiteira

A atividade de criação de cabras está ligada ao homem desde o início da civilização, contribuindo para fixar o homem em primeiros núcleos de assentamentos, fornecendo produtos importantes como o leite, a carne e a pele. No Brasil, os primeiros colonos portugueses trouxeram os caprinos, deixando para o país uma importante fonte de suprimentos alimentares, principalmente em áreas mais inóspitas quanto ao clima (CORDEIRO, 2006).

A cabra é um animal bastante sociável e manso, tem excelente capacidade de adaptação e resistência a períodos secos, apresenta uma reduzida exigência de espaço e alimentação o que torna sua criação e obtenção de leite fácil (HAENLEIN, 2007).

Segundo Suassuna (2012), 92% do rebanho caprino nacional se concentra na região Nordeste. Na Paraíba, desde o ano 2000, a caprinocultura leiteira tem recebido incentivos através da compra da produção de leite pelo governo estadual e das ações do “Pacto novo Cariri” que promoveu um sistema de aquisição, industrialização e distribuição de leite, o “programa do leite”, que também inclui o Sertão paraibano. No Cariri, Sertão e Curimataú, a caprinocultura tornou-se a principal atividade agropecuária e econômica. Nessas regiões, há um rebanho de 624 mil cabeças, dos quais 25% são cabras leiteiras.

A pecuária de caprinos apresenta-se como atividade promissora no panorama atual de desenvolvimento econômico brasileiro, desempenhando um importante papel socioeconômico nas regiões semiáridas, por proporcionar renda direta, além de representar uma excelente fonte alimentar. Um incremento dessa cultura deve-se, principalmente, as ações conjuntas de instituições de pesquisa, governos e associações de criadores, os quais procuram melhorar o potencial leiteiro do rebanho e fomentar o desempenho da indústria de laticínios (OLIVEIRA, 2009).

3.2 Leite de cabra

A palavra leite deriva do latim *lacte* e pode ser definida como líquido branco secretado pelas glândulas mamárias, um pouco antes e após o parto dos animais mamíferos (FENIMAN; PASSINI; MUCELIN, 2003).

Segundo a legislação brasileira, o leite caprino é o produto oriundo da ordenha completa, ininterrupta, em condições de higiene, de animais da espécie caprina sadios, bem alimentados e descansados (BRASIL, 2000).

Mesquita et al. (2004) destacam que o leite de cabra é considerado um dos alimentos mais completos por apresentar vários elementos importantes para a nutrição humana como matérias orgânicas e nitrogenadas, caseína e albumina, necessárias a constituição dos tecidos e sangue, sais minerais para a formação do esqueleto e ainda, vitaminas, certas diástases e fermentos lácticos, estes últimos muito favoráveis à digestão e que protegem o intestino da ação nociva de muitas bactérias patogênicas.

De acordo com Alves et al. (2014), as características físico-químicas do leite e derivados lácteos podem ser influenciadas por vários fatores, como espécie, raça, estado de lactação e alimentação animal, sistema de criação, genética, fisiologia e tecnologia empregada. A composição geral média do leite de cabra não difere notavelmente do leite de vaca; entretanto, as diferenças existentes são em relação à composição, estrutura e tamanho das micelas de caseína, proporção das frações proteicas, maior teor de nitrogênio não proteico e de compostos minerais (DOMAGALA, 2009).

A composição média do leite de cabra é de 87% de água, 3,8% de gordura, 4,1% de lactose, 3,4% de proteína, 8,9% de sólidos não gordurosos, 0,86% de cinzas, valor energético de 70 kcal/100mL, pH entre 6,5 e 6,8, e acidez de 0,14 de 0,23 g de ácido láctico/100 mL em alguns países (PARK et al., 2007).

A Instrução Normativa do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA) n.º 37 de 31 de outubro de 2000 (BRASIL, 2000) estabeleceu requisitos de qualidade do leite de cabra destinado ao consumo humano fixados em regulamento técnico, como, por exemplo, acidez em ácido láctico entre 0,13% a 0,18%, teores mínimos de proteína, lactose e sólidos não gordurosos de 2,8%, 4,3% e 8,2%, respectivamente, e densidade a 15°C entre 1,0280 a 1,0340 g/ml.

As características químicas do leite de cabra e suas propriedades o definem como um alimento com grande potencial econômico, pois permitem sua utilização na fabricação de uma variedade de produtos, tais como bebidas fluidas com baixo teor de gordura, fortificadas ou aromatizadas, leite UHT, produtos fermentados (leite coalhado, queijos, iogurtes, sovertes, manteiga, doces e balas (BORBA et al., 2014).

Segundo Curi e Bonassi (2007), o queijo é o produto de maior interesse tecnológico e econômico produzido com leite de cabra. Com o crescente aumento na produção de queijo no Brasil, cresce também a quantidade de soro de queijo produzido. Sendo assim é necessário conhecer as características desse soro para seu melhor reaproveitamento.

3.3 – Soro do queijo

O soro de queijo é um líquido obtido no processo de fabricação do queijo e da caseína, de cor entre verde e o amarelo, de aspecto turvo e sabor fresco, ligeiramente doce ou ácido. Consiste de cerca de 80 - 90% do volume de leite usado na fabricação de queijos e retém cerca de 55 - 60% dos nutrientes do leite. O soro contém proteínas solúveis, lactose, minerais e vitaminas, além de quantidades variáveis de ácido lático e nitrogênio não solúvel (ALVES et al.; COSTA et al., 2014).

O soro de queijo pode ser obtido pela coagulação enzimática (uso de coalho animal, ou coagulante de origem microbiológica ou vegetal), resultando na coagulação das caseínas, matéria prima para produção de queijos, e originando o soro doce pode ser obtido também pela precipitação ácida no ponto isoelétrico (pI) das caseínas (pI = 4,6), resultando na caseína isoelétrica e gerando o soro ácido; e por último, pela separação física das micelas de caseína por microfiltração, em membranas de 0,1 µm, obtendo-se um concentrado de micelas e as proteínas do soro (MORIN et al., 2007; SILVA, SILVA e FERREIRA, 2012).

O soro é um potente agente de poluição, passível de provocar a destruição da flora e da fauna pela sua alta demanda biológica de oxigênio (DBO) que é cerca de 30.000 a 50.000 mg de oxigênio por litro de soro, valor este aproximadamente 100 vezes maior que o de um esgoto doméstico. Descartar soro sem tratamento eficiente não é só crime previsto por lei, mas é, também, rejeitar um ingrediente que possui alta qualidade. O consumo e a utilização do soro de queijo resultante da fabricação

de queijo evitam problemas de poluição ambiental, quando o soro é descartado pelas indústrias (RICHARDS, 2002; MELO NETO, 2007).

De acordo com a ABIQ estima-se que a indústria de queijo nacional tenha produzido em 2014, aproximadamente, 1,1 toneladas de queijo e tenha industrializado cerca de 11 bilhões de litro de leite (SCARCELLI, 2015). Considerando que cada 10 litros de leite produzem, em média, 1 kg de queijo e 9 litros de soro, em 2014 foi produzido, aproximadamente, 10 milhões de litros de soro de queijo.

Segundo Melo Neto (2007), o soro de queijo de cabra apresenta a seguinte composição química: 92,4% de umidade, 7,1% de sólidos totais, 3,9% de lactose, 1,1% de proteínas, 0,6% de gordura, 0,4% de cinzas e 0,2% de acidez em ácido láctico.

No soro de queijo de cabra a composição em nutriente é variável. A qualidade e as características do leite, o tipo de queijo produzido, os eventuais tratamentos térmicos do leite e do soro, o uso de aditivos e culturas, o tempo de ruptura do coágulo e o valor final de acidez do soro, entre outros, são alguns fatores que influenciam na composição deste tipo de subproduto (OLIVEIRA, 2009). Portanto, é de fundamental importância a caracterização da composição do soro para a produção de derivados lácteos, bem como outros alimentos, para padronizar o valor nutricional dos produtos fabricados e também para atender os regulamentos técnicos de identidade e qualidade de vários produtos em que a legislação vigente que exige uma quantidade mínima de determinados nutrientes para a sua comercialização, como é o caso das bebidas lácteas (BRASIL, 2005).

O soro de queijo é um substrato rico nutricionalmente e de ampla aplicação industrial, utilizado como componente principal ou adicional na elaboração de queijos, na formulação de meios de cultura bacteriano e de leveduras, na produção de biomassa, fornecendo nutrientes para suplementos animais ou como fonte de proteínas (BORBA et al., 2014).

No Brasil, o soro de queijo fluido é empregado principalmente na fabricação de ricota, bebida láctea, enquanto que os produtos derivados do soro desidratado têm sido utilizados em diversos alimentos como sorvetes, iogurtes, carnes processadas, embutidos, massas para torta, pães e bolos, doces em barras, balas

bombons, achocolatados, bebidas para esportistas e suplementos nutricionais (USDEC, 2000).

3.4. Espectroscopia de infravermelho próximo (NIRS)

NIRS é a sigla da técnica denominada em inglês de *near infrared spectroscopy*, ou espectroscopia de infravermelho próximo, em português. O infravermelho próximo recebe este nome devido à sua proximidade do espectro visível. A parte do espectro eletromagnético visível ao olho humano se estende de 400 a 780 nm, enquanto que o espectro eletromagnético do infravermelho vai de 2.500 a 1.000.000 nm. A região intermediária entre o infravermelho e o espectro visível, situada entre 780 a 2.500 nm é denominada de infravermelho próximo. Nessa região são detectadas as vibrações de primeiro, segundo e terceiro sobretons de bandas fundamentais observadas no infravermelho médio bem como as bandas de combinação (SOTELO, 2006; SOUZA et al., 2013).

As principais bandas de absorção na região do infravermelho próximo são relacionadas à sobretons e bandas de combinação das transições vibracionais fundamentais dos grupos C-H, N-H, O-H e S-H (SOUZA et al., 2013).

Por causa da baixa massa atômica do hidrogênio, os harmônicos e bandas de combinação do hidrogênio tornam os grupos funcionais C – H, O – H e N – H dominantes no espectro do infravermelho próximo em alimentos, possuindo comprimentos de onda de absorção característicos (SKOOG, HOLLER, NIEMAN, 2002).

O principal objetivo do uso da espectroscopia NIR é sondar uma amostra, a fim de adquirir dados qualitativos e/ou quantitativos provenientes de ondas eletromagnéticas no infravermelho próximo com seus componentes (PASQUINI, 2003). A região do infravermelho próximo vem sendo amplamente empregada na análise de alimentos por ser uma técnica rápida (entre 15 a 90 s), não destrutiva e geralmente sem necessidade de preparo das amostras (FERRÃO et al., 2007).

Outras vantagens do NIRS sobre os métodos convencionais são: pequena quantidade de amostra utilizada; preparação rápida e simples das amostras; determinação simultânea de diferentes atributos; rapidez na obtenção dos espectros;

não necessita usar reagentes; (CAMPESTRINI, 2005; CEN; HE, 2007; LEITÃO, 2012).

A espectroscopia de infravermelho já foi aplicada em leite para determinação de caseína, proteína, amido, e lactose, bem como para classificação de leite e em casos de adulteração com manteiga, e com soro em leite em pó desnatado (FERRÃO et al., 2007).

3.5 Quimiometria

3.5.1 Definição e aplicações

A quimiometria pode ser definida como uma disciplina da química que utiliza métodos matemáticos, estatísticos e lógica, a fim de selecionar os melhores procedimentos experimentais para a obtenção de informações químicas de natureza multivariada (HOPKE, 2003). A quimiometria, em conjunto com técnicas espectroscópicas, permite a extração de informações dos espectros completos e/ou de faixas espectrais (PANTOJA, 2006).

Segundo Maluf (2008) uma área muito aplicada atualmente na quimiometria é a calibração multivariada, permitindo determinar um componente de interesse em matrizes complexas, ou analisar, simultaneamente, vários componentes em sistemas mais simples.

Oliveira (2010) afirma que a base da calibração multivariada é um sistema de determinação indireta, por necessitar da aquisição de respostas instrumentais para uma série de padrões (amostras de calibração), em que o valor da propriedade de interesse é conhecido. Para esse fim, torna-se imprescindível a utilização de um grupo de amostras cuja propriedade de interesse seja determinada inicialmente por um método de referência. Dessa forma, verifica-se uma correlação entre uma propriedade de interesse com o respectivo espectro que servirá para a construção de um modelo matemático (NATALINO, 2006).

3.5.2 Calibração multivariada

O objetivo principal da calibração multivariada é estabelecer um modelo de regressão relacionando os sinais analíticos medidos para uma amostra (um espectro de NIR, por exemplo), com uma propriedade física ou química específica. Os métodos que mais se destacam na literatura, são a regressão linear múltipla (MLR), a regressão de componentes principais (PCR), os quadrados mínimos parciais (PLS), a rede neural artificial (ANN) e as máquinas de vetores de suporte (SVM) (BOTELHO, 2014).

O método de PLS representa a vasta informação contida nos espectros em outro sistema de variáveis, reduzindo, sem perder informação relevante, onde as novas variáveis são chamadas de fatores. Os fatores são combinações lineares das variáveis originais, superando assim os problemas de seletividade (não eliminando nenhuma variável) e colinearidade (muitas variáveis contêm tipos de informações similares) (OLIVEIRA, 2010).

3.5.3 Pré-tratamento dos dados

Interferências de parâmetros espectrais, como espalhamento de luz, profundidade de penetração de luz, entre outros, são fatores que podem variar de um espectro a outro, mesmo que seja da mesma amostra, originando modelos não lineares. Para reduzir, eliminar ou padronizar os impactos sobre os espectros, são utilizados pré-tratamentos matemáticos (OLIVEIRA, 2010).

A utilização de pré-tratamentos também facilita a interpretação dos espectros, pois ajudam na obtenção de dados importantes na exclusão de dados desnecessários, melhorando a qualidade de previsão dos modelos de calibração (ZENI, 2005). As técnicas de pré-tratamento são normalização, ponderação, suavização, correção de linha de base, correção multiplicativa de sinal (MSC) e variação normal padrão (SNV) (VASCONCELOS, 2011).

A correção de linha de base é um tipo de pré-processamento que pode ser aplicada para minimizar variações sistemáticas de linha de base. Nesse procedimento o espectro pré-processado é obtido subtraindo-se de cada variável do

espectro um único valor ou a média de uma faixa de variáveis (VASCONCELOS, 2011).

A suavização é uma técnica utilizada para reduzir matematicamente ruídos aleatórios de alta frequência a fim de aumentar a relação sinal/ruído (VASCONCELOS, 2011). Para esse procedimento existem diferentes filtros digitais, dentre eles o Savitzky-Golay que foi utilizado nesse trabalho.

3.5.4 Construção do modelo de calibração

Após o pré-tratamento, a etapa seguinte é a construção do modelo de calibração. O modelo deve extrair a informação relevante contida nos espectros de infravermelho próximo, a qual está relacionada diretamente com a informação que se deseja conhecer, aplicando o modelo conhecido (SOTELO, 2006).

Segundo Oliveira (2014) o desenvolvimento do modelo envolve a determinação das relações entre os espectros e os valores de referência dos parâmetros analisados. O modelo de calibração é a relação entre os espectros NIR e propriedades física e/ou químicas a serem modeladas.

3.5.5 Qualidade de um modelo de calibração

Parâmetros calculados com os resultados obtidos pelos modelos servem para a escolha e seleção de modelos mais adequados para a predição dos parâmetros desejados (OLIVEIRA, 2010). De acordo com Saliba et al. (2003), estes parâmetros são: coeficiente de determinação (R^2), erro-padrão de calibração (SEC) e erro-padrão de validação (SEV).

O R^2 deve ser interpretado como a proporção de variação total da variável dependente que é explicada pela variação da variável independente. A análise do valor de R^2 nos mostra a correlação dos pontos da curva de calibração. Quanto mais próximo a 1,00 estiver este valor, mais correlacionado estão os valores com a reta obtida (ZENI, 2005).

Os valores de SEC e SEV são utilizados para determinar o ajuste do modelo. Quando os valores de SEV são muito maiores que o de SEC indica que o modelo

está sobre ajustado. Sendo assim, o modelo pode ser considerado bem ajustado quando a relação SEC/SEV fica no intervalo entre 0,5 e 1, sendo que os valores próximos de 1, indicam modelos mais bem ajustados (FERRÃO et al., 2004; OLIVEIRA, 2010).

3.5.6 Validação

Segundo Carneiro (2008) a etapa de validação é de extrema importância, pois os resultados dessa etapa indicarão se o modelo construído é adequado ou não para efetuar a determinação do parâmetro desejado. A validação pode ser realizada por dois métodos, a validação externa e validação cruzada (SIMAS, 2005; MILAGRES, 2009).

De acordo com Milagres (2009), na validação externa, para se verificar a eficácia da predição dos constituintes, é utilizado um conjunto de teste separado e diferente do conjunto de calibração. Com o conjunto de calibração obtêm-se equações de regressão que serão usadas para predizer o valor das amostras do conjunto de validação, a partir dos seus espectros de infravermelho próximo. Assim, é possível comparar os valores estimados com os valores determinados pelo método de referência.

Na validação cruzada, as amostras para validação são as mesmas utilizadas no teste de calibração. Algumas amostras são separadas, um modelo é construído com as amostras restantes e a predição é feita em relação às amostras separadas inicialmente. O procedimento realizado para cada amostra ou subconjunto de amostras, até que todo o conjunto de dados iniciais seja explorado. A validação cruzada é recomendada quando se trabalha com um pequeno número de amostras (ANDRADE, et al., 2010).

4 METODOLOGIA

4.1 Obtenção do soro fluido

Para o presente trabalho, foram fornecidos, pela Embrapa Caprinos e Ovinos (Sobral, CE, Brasil), 24 lotes de soro de queijo coalho de cabra, produzidos durante os períodos de primavera/verão e outono/inverno nos anos de 2012, 2013 e 2014. Dentre estes foram realizadas 17 misturas, na proporção 1:1, para obtenção de um total de 41 amostras de soro de queijo de cabra.

As cabras foram alimentadas com capim elefante (*Pennisetum purpureum*), e concentrado a base de milho e farelo de soja e oferta de sal mineral a vontade, sendo ofertado uma quantidade entre 0,800 a 1,000 kg de concentrado/dia.

4.2 Análises bromatológicas

Foram realizadas as análises bromatológicas de Sólidos totais, umidade, cinzas, proteínas, lipídios e carboidratos por diferença.

4.2.1 Análise Sólidos totais e Umidade

As análises de sólidos totais e umidade foram realizadas em duplicata de acordo com as normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz (2008). Os cadinhos foram previamente numerados e em seguida colocados em estufa, a 105 °C, por 24 horas, para retirada de toda a umidade. Em seguida, foram transferidos para o dessecador, até atingir a temperatura ambiente. Foram adicionados aos cadinhos 2 mL da amostra, os quais foram colocados em banho maria até a evaporação da água, aproximadamente 40 minutos. Posteriormente os cadinhos com as amostras foram colocados na estufa a vácuo (Quimis modelo 0819V2, Diadema, São Paulo, Brasil), a 70°C, durante 24 horas. Logo após foram transferidos os cadinhos para o dessecador até esfriar e em seguida foram pesados.

Os cálculos foram realizados de acordo com as equações (1 e 2):

$$\text{Umidade} = \frac{\text{massa da amostra úmida} - \text{massa da amostra seca} \times 100}{\text{massa da amostra úmida}} \quad (1)$$

$$\text{Sólidos Totais} = 100 - \text{umidade} \quad (2),$$

onde os teores umidade e sólidos são fornecidos em g/100g (% , m/m) de amostra em base úmida.

4.2.2 Análise de Cinzas

As análises de cinzas foram realizadas em duplicata de acordo com as normas analíticas do Instituto Adolfo Lutz (2008). Os cadinhos foram previamente numerados e colocados em uma mufla (Fornos Magnos, Belo Horizonte, Minas Gerais, Brasil) por 2 horas a 550 °C para retirada de qualquer matéria orgânica que pudesse estar aderida ao cadinho. Após o resfriamento dos cadinhos no dessecador, estes foram pesados vazios. Em seguida, foram pesados 2 g da amostra nos cadinhos, os quais foram colocados em uma mufla a 550 °C por 6 horas. Posteriormente foram transferidos para o dessecador até atingirem a temperatura ambiente. As amostras foram pesadas e a partir de suas massas foram realizados os cálculos para a obtenção dos resultados de acordo com a equação (3):

$$\text{Cinzas} = \frac{\text{massa da amostra úmida} - \text{massa da amostra seca} \times 100}{\text{massa da amostra úmida}} \quad (3),$$

onde o teor cinzas são fornecidos em g/100g (% , m/m) de amostra em base úmida

4.2.3 Análise de Lipídeos

Para a quantificação de lipídeos foi utilizado o método de Gerber (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008).

Uma alíquota de 10 mL de ácido sulfúrico (NEON) com densidade 1,82 g/mL foi transferida para um butirômetro de Gerber e, em seguida, 11 mL do soro fluido e 1 mL de álcool isoamílico PA (VETEC) foram adicionados. O butirômetro foi fechado com uma rolha e agitado até completa dissolução. Logo a seguir o butirômetro foi centrifugado por 5 minutos em uma centrífuga de Gerber e, quando retirado, foi mergulhado (com a rolha para baixo) em um banho-maria a uma temperatura de aproximadamente 65°C. Após 3 minutos foi retirado o butirômetro do banho-maria. O valor obtido na escala corresponde à porcentagem de lipídeos.

4.2.4 Determinação de proteínas pelo Método de Kjeldahl

Para a quantificação de proteínas foi utilizado o método de Kjeldahl (INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 2008), com adaptações, conforme descrição a seguir.

Foram pesadas alíquotas de 0,2 g de soro fluido em um tubo de Kjeldahl. Em seguida, foram adicionados 5 ml de ácido sulfúrico (NEON) e uma porção de mistura catalítica (preparada na proporção de 50 mg de sulfato de cobre -VETEC + 1,9 g de sulfato de potássio PA) em quantidade equivalente ao tamanho da amostra em volume. O tubo de Kjeldahl foi inserido em um aparelho digestor, para ser submetido a um processo de digestão. Durante o processo, o aparelho digestor foi aquecido numa razão de aquecimento de 50°C/30 min até atingir 400°C. Após alcançar essa temperatura, as amostras foram mantidas no digestor, em temperatura constante até as mesmas ficarem com aspecto límpido, livre de material não digerido.

Logo após o processo de digestão e resfriamento do material, foram adicionadas 3 gotas de indicador fenolftaleína ao tubo de Kjeldahl que foi inserido, imediatamente, no aparelho de destilação. Paralelamente, em um frasco Erlenmeyer foram adicionados 5 ml de ácido bórico a 4% (v/v) e 3 gotas do indicador misto (vermelho de metila e verde bromocresol), sendo este frasco também acoplado ao aparelho, na saída da serpentina, para recepção do vapor destilado.

Ao tubo contendo a amostra digerida, foi adicionada solução de hidróxido de sódio (NaOH, 40%, m/v) através de um funil, com torneira, atrelado ao aparelho. Foi permitido o escoamento do NaOH até a viragem do indicador. A amostra no tubo foi aquecida até ebulição e destilada até o conteúdo do frasco Erlenmeyer atingir aproximadamente 50 ml.

Após o processo de destilação, foi realizada a titulação da amostra com ácido clorídrico (VETEC) a 0,1 mol/L.

4.2.5 Determinação do teor de carboidratos por diferença

A determinação do teor de carboidratos totais foi obtida por diferença a partir da análise prévia individual dos teores de umidade, cinzas, lipídeos e proteínas das amostras, somados e subtraídos da amostra total (FAO, 2003), conforme apresentado na equação (4):

$$\text{Carboidrato totais (g/100g)} = 100 - [\text{umidade} + \text{cinzas} + \text{lipídeos} + \text{proteínas}] \quad (4),$$

onde os valores do teor de carboidratos totais, umidade, cinzas, lipídeos e proteínas são fornecidos em g/100g (% , m/m) de amostra em base úmida.

4.3 Análise Espectroscópica no Infravermelho Próximo

A obtenção dos espectros NIR foi realizada utilizando um espectrômetro Perkin-Elmer modelo 750 Lambda (Waltham, MA, EUA). Para obtenção dos espectros foi utilizada a faixa espectral entre 700 a 1800 nm e cubeta de vidro com caminho ótico de 1cm.

4.4 Análise Estatística

Os resultados das determinações de umidade, sólidos totais, cinzas, proteínas, lipídeos e carboidratos por diferença foram comparados e as variáveis-respostas foram expressas como média \pm desvio padrão.

Os diferentes lotes de soro de queijo de cabra foram agrupados de acordo com o período de produção sendo classificados como outono-inverno (soro obtido a partir de queijos fabricados nos meses de abril a setembro) e primavera-verão (soro dos queijos fabricados entre outubro e março). A normalidade desses resultados foi avaliada através dos testes de Shapiro-Wilks e de Kolmogorov-Smirnov, adotando-se um valor de α de 0,05. Uma vez que a normalidade dos resultados não foi

confirmada, procedeu-se a análise não-paramétrica através do teste de Mann Whitney U para a identificação dos contrastes entre os soros inverno e verão (BOWER, 1997), utilizando o programa Statistica, versão 8.0 (Statsoft Inc., Tulsa, OK, EUA).

Os dados espectrais foram analisados utilizando o programa Unscrambler 9.7 (Camo Software, Oslo, Noruega), utilizando a regressão por mínimos quadrados parciais individualmente para cada variável dependente (PLS1).

4.4.1 Modelos de Calibração

Na construção dos modelos de calibração foram utilizados os valores médios da composição centesimal, além dos 41 espectros das amostras, sendo 31 espectros (75%) para a etapa de calibração e 10 espectros (25%) para a etapa de predição do modelo.

O modelo de calibração foi construído através da técnica de PLS1. A predição foi realizada com um conjunto teste (*test set*) feito de uma seleção aleatória (*random selection*), no qual foram indicadas 10 amostras.

Vários tipos de pré-processamento foram testados, dentre eles correção de linha de base, e alisamento de Savitzky-Golay com primeira derivada. Foram analisados os valores de raiz do erro quadrado médio de calibração e predição (RMSEC e RMSEP respectivamente), R^2 e erro sistemático (*bias*).

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

5.1 Composição centesimal do soro de queijo de cabra

A Tabela 1 apresenta os valores médios da composição centesimal, obtida pelos métodos de referência, das 41 amostras de soro de queijo de cabra, além do desvio padrão. Os valores médios de umidade, sólidos totais, cinzas, proteínas, lipídeos e carboidratos por diferença obtidos individualmente para cada uma das 41 amostras são apresentados nos apêndices desse trabalho (Apêndices 1 a 6).

Tabela 1 – Média da composição centesimal do soro de queijo de cabra.

| Constituintes | Média ± Desvio Padrão |
|------------------------|------------------------------|
| Umidade (% m/m) | 93,53 ± 0,68 |
| Sólidos Totais (% m/m) | 6,47 ± 0,68 |
| Cinzas (% m/m) | 0,62 ± 0,13 |
| Proteínas (% m/m) | 1,22 ± 0,21 |
| Lipídeos (% m/m) | 0,45 ± 0,14 |
| Carboidratos (% m/m) | 4,18 ± 0,63 |

Fonte: o autor

Os valores para composição centesimal, mostrados na Tabela 1, são próximos aos citados pela literatura Borba et al. (2014), Melo Neto (2007), Oliveira (2009), Silveira et al. (2013) e Tashima et al. (2013), conforme discutido adiante.

De acordo com Garcia, Puerto e Baquero (2006), algumas variações na composição dos nutrientes do soro de queijo de cabra dependem, entre outros fatores, das características do leite e do tipo de queijo produzido.

É possível observar que os valores de umidade variaram de 92,72% a 95,90% (Apêndice 1). Analisando o soro de queijo de cabra, Borba et al. (2014), Melo Neto (2007), Oliveira (2009), Silveira et al. (2013) e Tashima et al. (2013) encontram os seguintes valores de 93,23%, 92,94%, 92,99%, 96,35%, 92,94% respectivamente, valores próximos aos encontrados neste trabalho.

Os valores de sólidos totais variaram entre 4,10% a 7,28% (Apêndice 2). Para a maior parte das amostras, os valores foram próximos ao teor de 7,06% reportado por Melo Neto (2007). De acordo com Sobrinho (2000), o soro de queijo de cabra é um produto com baixo teor de sólidos sendo a porcentagem média de matéria seca inferior a 6%, teor abaixo da média observada no presente estudo.

O teor de cinzas encontrado variou de 0,30% a 0,92% (Apêndice 3), valores próximos aos relatados por Melo Neto (2007), Oliveira (2009), Borba et al. (2014), Silveira et al. (2013) e Tashima et al. (2013).

A concentração de proteínas no soro variou entre 0,46% a 1,58% (Apêndice 4). Na literatura, foram observados valores entre 0,84% a 1,40% (MELO NETO, 2007; OLIVEIRA, 2009; BORBA et al., 2014; SILVEIRA et al., 2013). O soro, na sua forma fluída, possui reduzida porcentagem de proteínas, entretanto, essas possuem elevado valor biológico, ótima eficiência metabólica, possuem capacidade de fixar cálcio e contêm, em quantidade e proporção adequada, todos os aminoácidos essenciais à alimentação humana (PAGNO et al., 2009).

O teor de lipídeos variou entre 0,20% a 0,83% (Apêndice 5). Borba et al. (2014) verificou valor de 0,56%. Oliveira (2009) apresentou resultado de 0,40% e Melo Neto (2007) de 0,60%.

Essas diferenças podem ser explicadas pelo fato de que o teor de gordura do soro depende do teor de gordura dos leites utilizados como matéria prima para a produção de queijo e do processamento e rendimento desse queijo (PINTO, 2010).

Os valores de carboidratos variaram de 2,25% a 5,47% (Apêndice 6), sendo a média de 4,23% (Tabela 1). Melo Neto (2007) registrou valor médio de 3,88%, enquanto Borba et al. (2014) apresentou valor superior de 4,98%, entretanto, ambos dentro da faixa de variação do teor de carboidratos obtida no presente estudo.

Na Tabela 2 pode ser observada a composição centesimal soro de queijo de cabra nas estações do ano em que foram produzidos. Em

nenhum dos parâmetros analisados houve diferença significativa entre as estações do ano ($p > 0,05$).

Tabela 2 - Média (\pm desvio padrão) da composição centesimal do soro de queijo de cabra para as estações do ano primavera-verão¹ e outono-inverno²

| Constituintes | Primavera/Verão | Outono/Inverno |
|------------------------|------------------------------|-------------------------------|
| Sólidos Totais (% m/m) | 6,50 \pm 0,88 ^a | 6,53 \pm 0,47 ^a |
| Cinzas (% m/m) | 0,60 \pm 0,21 ^a | 0,66 \pm 0,079 ^a |
| Proteínas (% m/m) | 1,22 \pm 0,20 ^a | 1,16 \pm 0,17 ^a |
| Lipídeos (% m/m) | 0,45 \pm 0,17 ^a | 0,48 \pm 0,16 ^a |
| Carboidratos (% m/m) | 4,23 \pm 0,44 ^a | 4,23 \pm 0,79 ^a |

¹ Amostras produzidas entre outubro e março.

² Amostras produzidas entre abril e setembro.

Letras sobrescritas iguais na mesma linha não diferem significativamente para um mesmo parâmetro

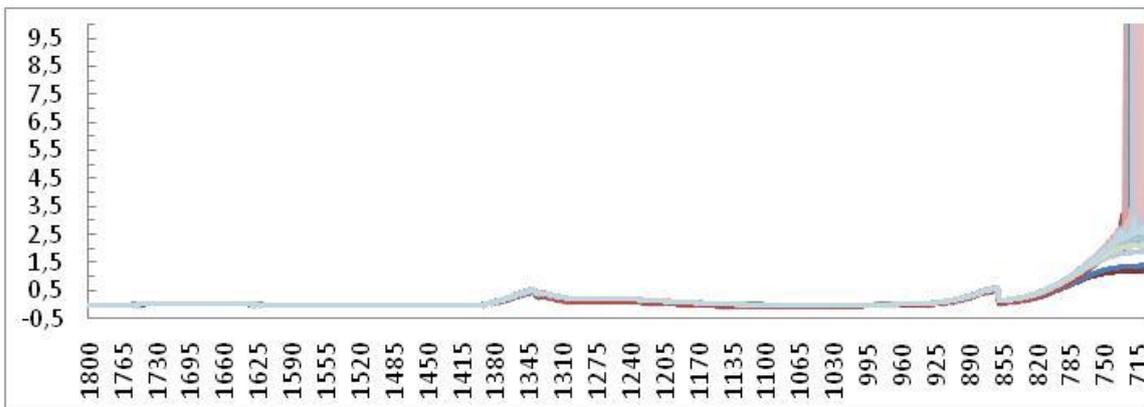
Fonte: o autor

Um dos fatores que interferem na composição do soro de queijo é a qualidade do leite e essa qualidade entre outros fatores depende da alimentação do animal, sendo assim, pode-se entender que esses animais estão recebendo a mesma quantidade de nutrientes durante os meses de verão e inverno.

5.2 Espectros NIR

Os espectros foram obtidos na região de 700 a 1800 nm (Figura 1); entretanto, para o tratamento dos dados, houve a eliminação da região de 700 a 867 nm e de 1401 a 1800 nm por se tratar de regiões com ruídos, evitando assim a inserção de informação ruidosa aos modelos quimiométricos.

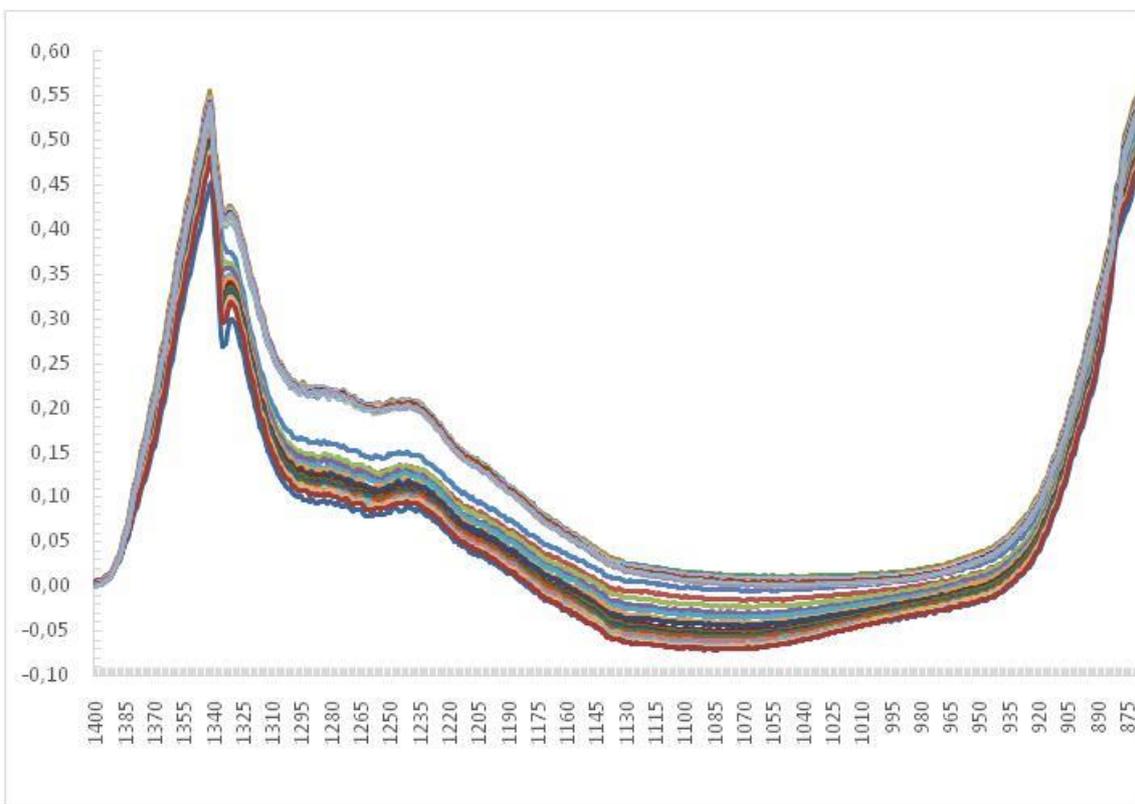
Figura 1 - Faixa espectral de infravermelho próximo entre 700 a 1800 nm obtida para os diferentes lotes de soro de queijo de cabra.



Fonte: o autor

Portanto, a região do espectro utilizada foi de 866 a 1400 nm, de acordo com a Figura 2, contendo assim informações mais relevantes referentes à composição centesimal do soro de queijo de cabra.

Figura 2 - Espectros de infravermelho próximo entre 866 a 1400 nm obtidos para os diferentes lotes soros de queijo de cabra.



Fonte: o autor

Sendo, assim existem em seus espectros informações de diversos grupos funcionais, cujos sinais analíticos apresentam-se sobrepostos. Isto dificulta a atribuição de uma determinada banda a uma única função química (MADALOZZO, 2010).

5.3 Modelos de Calibração e Predição para Umidade

Para a construção do modelo PLS1 de calibração e predição do teor de umidade foi utilizado o conjunto de calibração com as amostras 2, 4-7, 10, 12-21, 23-34, 36-37, 39 e 41, e o conjunto de predição com as amostras 1, 3, 8-9, 11, 13, 22, 35, 38 e 40.

De acordo com a Tabela 3, os valores de RMSEC e raiz do erro quadrado médio de calibração (RMSEP) para umidade foram de 0,61 e 0,37 respectivamente. Os valores de R^2 para calibração e predição em todos os tratamentos são considerados baixos para a construção de um modelo.

Cabral (2011) em seu estudo para determinação de lipídeos e umidade em leite em pó apresentou RMSEC de 0,1318 e RMSEP de 0,3778. Madalozzo, Sauer e Nagata (2015), em seu trabalho para caracterização físico-química de ricota através de NIRS, apresentaram para umidade um coeficiente de correlação de 0,851% para calibração e um coeficiente de 0,757% para predição, afirmando que houve uma menor capacidade de previsão do modelo para a determinação da umidade. Enquanto Cabral (2011) obteve valores de R^2 para predição o de calibração de 0,9874 e 0,9184 respectivamente.

Tabela 3 – Resultados da calibração e predição por PLS1 para o teor de umidade das amostras de soro de queijo de cabra.

| Tratamento | R^2 | RMSEC | BIAS | R^2 | RMSEP | BIAS |
|----------------|-------|-------|------------------------|-------|-------|--------|
| Sem tratamento | 0,29 | 0,61 | -3,692e ⁻⁰⁶ | 0,39 | 0,37 | 0,439 |
| Linha de Base | 0,33 | 0,51 | -2,953e ⁻⁶ | 0,14 | 0,73 | -0,331 |
| SG1211 | 0,30 | 0,60 | -3,938E ⁻⁶ | 0,41 | 0,36 | 0,071 |

Fonte: o autor

No presente estudo, portanto, a modelagem não foi satisfatória para umidade, uma vez que, para ser ideal, todo modelo de regressão deve obedecer alguns

critérios quanto ao erro gerado para fase de calibração, que são eles RMSEC menor que 10%, R^2 o mais próximo de um e o Bias (inclinação da reta) igual a zero (CABRAL, 2011).

5.4 Modelos de Calibração e Predição para Sólidos Totais

Para a construção do modelo PLS1 de calibração e predição do teor sólidos totais foi utilizado o conjunto de calibração com as amostras 1, 3-5, 8, 10-22, 24-22, 35, 38-40, e para predição foram utilizadas as amostras 2, 6-7, 9, 23, 29, 34, 36-37 e 41).

No modelo desenvolvido para calibração de sólidos totais (Tabela 4) obteve-se um R^2 de 0,99, um RMSEC de 0,048, enquanto que para predição obteve-se um R^2 de 0,31 e RMSEP de 0,66.

Tabela 4 - Resultados da calibração e predição por PLS para o teor de sólidos totais das amostras de soro de queijo de cabra.

| Tratamento | R^2 | RMSEC | BIAS | R^2 | RMSEP | BIAS |
|----------------|-------|-------|------------------------|-------|-------|---------|
| Sem tratamento | 0,99 | 0,048 | -2,307e ⁻⁰⁷ | 0,31 | 0,66 | 0,4256 |
| Linha base | 0,43 | 0,54 | 5,076e ⁻⁰⁷ | 0,54 | 0,32 | -0,1836 |
| SG1211 | 0,33 | 0,50 | 1,538E ⁻⁷ | 0,069 | 0,78 | 0,0264 |

Fonte: o autor

Sultaneh e Rohm (2007) avaliaram os teores de sólidos totais em amostras de requeijão não homogeneizado e homogeneizado, obtendo resultados satisfatórios com R^2 de 0,994 e 0,997 respectivamente.

5.5 Modelos de Calibração e Predição para Cinzas

Para a construção do modelo PLS1 de calibração e predição do teor de cinzas foi utilizado o conjunto de calibração com as amostras 1-2, 4-5, 8-10, 12-15, 17-22, 24-27, 29-30, 32-36, 39-41 e para predição foram utilizadas as amostras 3, 6-7, 11, 16, 23, 28, 31, 37-38.

A Tabela 5 apresenta os resultados dos parâmetros de calibração e predição do teor de cinzas. Os resultados obtidos no modelo com tratamento de Savitzky–Golay primeira derivada e janela de 11 pontos (SG1211), foi R^2 de 0,26 para calibração e 0,21 para predição.

Tabela 5 - Resultados da calibração e predição por PLS para o teor de cinzas das amostras de soro de queijo de cabra.

| Tratamento | R^2 | RMSEC | BIAS | R^2 | RMSEP | BIAS |
|----------------|-------|-------|----------------|-------|-------|----------|
| Sem tratamento | 0,18 | 0,10 | $2,403e^{-08}$ | 0,24 | 0,13 | -0,02952 |
| Linha Base | 0,16 | 0,10 | $1,827e^{-08}$ | 0,17 | 0,13 | -0,02409 |
| SG1211 | 0,26 | 0,09 | $2,211e^{-08}$ | 0,21 | 0,13 | 0,028 |

Fonte: o autor

5.6 Modelos de Calibração e Predição para Lipídeos

O modelo de calibração e predição para o teor de lipídeos foi construído a partir do conjunto de amostras 2, 9, 12, 21, 31-33, 36, 38-39 para predição e 1, 3-8, 10-11, 13-20, 22-30, 34-35, 37, 40-41 para calibração.

Os melhores resultados foram obtidos para o modelo sem pré-tratamento com R^2 de 0,99 e RMSEC de 0,0053 e R^2 0,64 e RMSEP de 0,068 (Tabela 6).

Tabela 6 - Resultados da calibração e predição por PLS para o teor de lipídeos das amostras de soro de queijo de cabra.

| Tratamento | R^2 | RMSEC | BIAS | R^2 | RMSEP | BIAS |
|----------------|-------|--------|----------------|-------|-------|---------|
| Sem tratamento | 0,99 | 0,0053 | $-1,125e^{-7}$ | 0,64 | 0,068 | -0,0177 |
| Linha Base | 0,99 | 0,0060 | $-1,591e^{-7}$ | 0,63 | 0,070 | -0,0226 |
| SG1211 | 0,99 | 0,011 | $-3,509e^{-8}$ | 0,44 | 0,08 | -0,027 |

Fonte: o autor

Cabral (2011), utilizando NIRS para a determinação de lipídeos totais e umidade em leite em pó comercial, encontrou em seu trabalho um erro de predição de 0,8952, maior do que o encontrado neste trabalho e um R^2 de 0,9955.

O erro relativo entre o método de referência e o NIR foi de 0,97 (Tabela 7).

Tabela 7 – Teor de lipídeos: valores preditos vs. Valores de referência (%) e erro relativo (%)

| | MÉDIA | MIN | MÁX |
|---------------|--------------|------------|------------|
| REFERÊNCIA | 0,45 | 0,20 | 0,83 |
| NIR | 0,44 | 0,187 | 0,82 |
| ERRO RELATIVO | 0,97 | | |

Fonte: o autor

Observando o valor do erro relativo, pode-se inferir que o modelo construído consegue prever, com reduzidos erros, os teores de lipídeos, sendo observada uma ótima correlação entre os dois métodos. Sabendo que o soro é reconhecido como um ingrediente de reduzido conteúdo lipídico e pode ser utilizado para produzir produtos com baixo teor de gordura, o NIR facilitaria essa quantificação reduzindo assim o tempo de análise e aumentando a produção das indústrias.

5.7 Modelos de Calibração e Predição para Proteínas

Para a construção do modelo PLS1 de calibração e predição do teor de proteínas foi utilizado o conjunto de calibração com as amostras 1, 3-8, 10-15, 17-20, 22-26, 28, 30-33, 36-38 e 41, enquanto que para predição foram utilizadas as amostras 2, 9, 16, 21, 27, 29, 34-35, 39 e 40.

O melhor resultado para calibração foi o tratamento de Savitzky–Golay primeira derivada com uma janela de 11 pontos que teve R^2 igual a 0,77 e um RMSEC de 0,09. No entanto, esse modelo não teve uma boa predição com R^2 0,29 e RMSEP de 0,19 Sendo assim o modelo com uma melhor predição é o sem tratamento (Tabela 8).

Tabela 8 – Resultados da calibração e predição por PLS para o teor de proteínas das amostras de soro de queijo de cabra.

| Tratamento | R² | RMSEC | BIAS | R² | RMSEP | BIAS |
|-------------------|----------------------|--------------|----------------------|----------------------|--------------|-------------|
| Sem tratamento | 0,63 | 0,11 | 9,229e ⁻⁸ | 0,56 | 0,15 | -0,022 |
| Linha Base | 0,70 | 0,10 | 2,519e ⁻⁷ | 0,42 | 0,17 | 0,0722 |
| SG1211 | 0,77 | 0,09 | 1,538e ⁻⁸ | 0,29 | 0,19 | 0,062 |

Fonte: o autor

Inácio (2010), utilizando ferramentas quimiométricas para a classificação de amostras de leite em pó e quantificação de proteínas, obteve valores de predição para os dados com primeira derivada em janela de 15 pontos que foram satisfatórios com R^2 igual a 0,98% e RMSEP igual a 0,52.

A água representa cerca de 93 a 94% dos constituintes do soro. Tal componente apresenta intensa banda de absorção da radiação infravermelha. A intensidade da banda de absorção da água faz com que a mesma se sobreponha às bandas de absorção características das proteínas (ETZION et al., 2004). Esse fato pode gerar resultados alterados para a análise de proteínas a partir da espectroscopia no infravermelho.

Considerando que o erro relativo entre o teor de proteínas pelo método de referência e pelo NIR foi de 0,81 (Tabela 9), podemos afirmar que o modelo é satisfatório para determinação de proteínas no soro de queijo de cabra.

Tabela 9 – Teor de proteínas: valores preditos vs. Valores de referência (%) e erro relativo (%)

| | MÉDIA | MIN | MÁX |
|------------------|--------------|------------|------------|
| REFERÊNCIA | 1,22 | 0,46 | 1,58 |
| NIR | 1,23 | 0,78 | 1,47 |
| ERRO RELATIVO | 0,81 | | |

Fonte: o autor

O soro de queijo é o ingrediente mais utilizado na fabricação de bebidas lácteas. O Regulamento Técnico de Identidade e Qualidade de bebidas lácteas (BRASIL, 2005) define a quantidade de proteínas nesses produtos. Sendo assim, a quantificação imediata dessas proteínas facilitaria o uso rápido e apropriado do soro fluido no processo de produção das bebidas lácteas. Conhecendo a quantidade de proteínas, sabe-se quanto de soro será acrescentado ao produto para que ele esteja de acordo com a legislação em relação ao teor proteico e o tipo mais adequado de bebida a ser elaborado com este soro, já que a exigência da concentração desse nutriente difere para cada categoria de bebida láctea.

5.8 Modelos de Calibração e Predição para Carboidratos

Para a construção do modelo PLS1 de calibração e validação do teor de cinzas foi utilizado o conjunto de calibração com as amostras 1-3, 5-7, 9-10, 12, 14-17, 19-20, 23-26, 28-34, 36-38, 40-41, e para predição foram utilizadas as amostras 4, 8, 11, 13, 18, 21-22, 27, 35 e 39.

Para o modelo de calibração e validação de carboidratos obteve-se R^2 de 0,24 e 0,37, respectivamente (Tabela 10). Os valores de RMSEC e RMSEP foram de 0,60 e 0,33, respectivamente. Madalozzo (2010) obteve um R^2 de 0,722 para calibração e RMSEC de 0,3 e R^2 de 0,356 para a predição.

Tabela 10 – Resultados da calibração e predição por PLS par o teor de carboidratos das amostras de soro de queijo de cabra.

| Tratamento | R^2 | RMSEC | BIAS | R^2 | RMSEP | BIAS |
|----------------|-------|-------|------------------------|-------|-------|--------|
| Sem tratamento | 0,24 | 0,60 | -1,923e ⁻⁰⁷ | 0,37 | 0,33 | -0,169 |
| Linha Base | 0,24 | 0,60 | 3,230e ⁻⁰⁷ | 0,30 | 0,35 | -0,208 |
| SG1211 | 0,28 | 0,58 | -2,230e ⁻⁰⁷ | 0,38 | 0,33 | -0,166 |

Fonte: o autor

Para o teor de carboidratos R^2 em todos os tratamentos é considerado baixo para a construção de um bom modelo, esse fato se deve possivelmente em função dos dados obtidos serem uma estimativa a partir de outros componentes do soro. A determinação do teor de carboidratos não é uma medida analítica, outros compostos interferem nesse valor como, por exemplo, ácidos orgânicos (FAO, 2003), como o ácido láctico, e possivelmente por esse motivo o modelo não apresenta uma boa predição para carboidrato.

6 CONCLUSÃO

Os valores analíticos obtidos pelo método de referência para os diferentes parâmetros analisados foram, em geral, próximos aos encontrados na literatura.

Não foram encontradas diferenças significativas entre a composição do soro produzido nas estações verão e inverno para todos os parâmetros analisados.

Os modelos obtidos a partir das análises de NIRS com maior ajuste foram alcançados sem o tratamento dos dados para a determinação de lipídeos e proteínas.

Os valores obtidos na determinação dos teores de lipídeos e proteínas por NIRS condizem com o método de referência, sendo o erro médio entre os dois métodos de 0,97% e 0,81%, respectivamente, indicando um bom desempenho para a determinação destes nutrientes empregando PLS1. Esses resultados demonstram um potencial de uso de NIRS para a determinação bromatológica em amostras de soro de leite de cabra com reduzido tempo e menor gasto com pessoal, amostra e reagentes.

REFERÊNCIAS

ALVES, M.P; MOREIRA, R.O; RODRIGUES Junior, P.H, et al. Soro de leite: Tecnologias para o processamento de coprodutos. **Revista do Instituto de Laticínios Cândido Tostes**, Juiz de Fora, v. 69, n.3, p. 212-226, 2014.

ANDRADE, C. R.; TRUGILHO, P. F.; NAPOLI, A.; QUINHONES, R.; LIMA, J. T. Calibrações NIRS para três propriedades químicas da madeira de *Eucalyptus urophylla*. **Cerne**, Lavras, v.16, Suplemento, p.9-14, jul.2010

BOWER, J.A. Statistics for food science IV: two sample tests. **Nutrition and Food Science**, Bradford, v.27, n.1, p.39-43, 1997.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e do Abastecimento. Instrução Normativa n.º 37 de 31 de outubro de 2000. Aprova o regulamento técnico de identidade e qualidade de leite de cabra. **Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil**, Brasília, DF, 8 nov. 2000. Seção 1, p.23-25.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa n.º 16, de 23 de agosto de 2005. Identidade e qualidade de bebida láctea. **Diário Oficial da União**, Brasília, DF, 24 ago. 2005. Seção 1, p.7-10.

BRASIL. Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento. Instrução Normativa n.º 68, de 12 de dezembro de 2006. Métodos analíticos oficiais físico-químicos para controle de leite e produtos lácteos. **Diário Oficial da União**, Brasília, DF, 14 dez. 2006. Seção 1, p.8

BORBA, K. K. S.; SILVA, F. A.; MADRUGA, M.S. QUEIROGA, R.C.R.E; SOUZA, E.L; MAGNANI, M. The effect of storage on nutritional, textural and sensory characteristics of creamy ricota made from whey as well as cow's milk and goat's milk. **International Journal of Food Science and Technology**, Hoboken, v. 49, p. 1279 – 128, 2014.

BOTELHO, B.G. **Desenvolvimento e validação de métodos para análise direta de alimentos usando ferramentas quimiométricas, espectroscopia no infravermelho e imagens digitais**. 2014. 136f. Tese (Doutorado em Ciências) – Instituto de Ciências Exatas, Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2014.

CABRAL, A. M. **Construção de modelos multivariados para determinação de lipídios totais e umidade em leite em pó comercial utilizando espectroscopia no infravermelho próximo**. 2011. 106p. Dissertação (Mestre em Química). Universidade Federal do Rio Grande do Norte – Natal, 2011.

CAMPESTRINI, E. Utilização de Equipamentos NIRS (Near Infrared Reflectance Spectroscopy) nos Estudos de Valores Nutricionais (composição Química e Digestibilidade) de alimentos para não ruminantes. **Revista Eletrônica Nutritime**, Viçosa, v.2, n.5, p.240-251, 2005. Disponível em:

<http://www.nutritime.com.br/arquivos_internos/artigos/025V2N5P240_251_SET2005.pdf>. Acesso em: 8 abril 2015.

CARNEIRO, M.E. **Classificação de Lâminas de Madeira de *Pinus spp* por espectroscopia óptica**. 2008. 97f. Dissertação (mestre em Engenharia Florestal). Universidade Federal do Paraná, Curitiba, 2008

CEN, H.; HE. Y. Theory and application of near infrared reflectance spectroscopy in determination of food quality. **Trends in Food Science and Technology**, Oxford, v.18, p.72-83, 2007.

CORDEIRO, P.R.C. Mercado do leite de cabra e de seus derivados. **Revista CFMV**. Brasília, DF, ano 12, n. 39, 2006.

COSTA, C. M.; AZEVEDO, C. A.; AZEVEDO, L. A.; LINS, M. F.; VEIGA, R. L.; LIMA, S. F. Soro do leite e os danos causados ao meio ambiente. **X Encontro Brasileiro sobre adsorção**, Guarujá – SP, 2014. Disponível em: <www2.unifesp.br/home_diadema/eba2014/br/resumos/R0038-1.PDF>. Acesso em: 8 abril 2015.

CURI, R. A.; BONASSI, I. A. Elaboração de um queijo análogo ao Pecorino Romano produzido com leite de cabra e coalhada congelados. **Ciência e Agrotecnologia**, Lavras, v.31, n. 1, p.171-176, jan/fev., 2007.

DOMAGALA, J. Instrumental texture, syneresis and microstructure of yoghurts prepared from goat, cow and sheep milk. **International Journal of Food Properties**, Philadelphia, v.12, p.605-615, 2009.

ETZION, Y.; LINKER, R.; COGAN, U.; SHMULEVICH, I. Determination of protein concentration in raw milk by mid-infrared Fourier transform infrared/ attenuated total reflectance spectroscopy. **Journal of dairy Science**, Lancaster, v.87, p. 2772-2788, 2004.

FENIMAN, C.M; PASINI, G.; MUCELIN, C. A. Avaliação microbiológica do leite pasteurizado tipo C comercializado no município de Medianeira – PR. **Higiene Alimentar**. Mirandópolis, v.17. p.101-105, 2003.

FERRÃO, M.F.; MELLO, C.; BORIN, A.; MARETTO, D.A.; POPPI, R.J. LS-SVM: uma nova ferramenta quimiométrica para regressão multivariada. Comparação de modelos de regressão LS-SVM e pLS na quantificação de adulterantes em leite em pó empregando NIR. **Química Nova**. São Paulo, v.30, n.4 p.852-859, 2007.

FOOD AND AGRICULTURE ORGANIZATION OF THE UNITED NATIONS. **Food energy: methods of analysis and conversion factors – report of a technical workshop**. Rome: FAO, 2003. 87p. Disponível em: <http://www.fao.org/uploads/media/FAO_2003_Food_Energy_02.pdf>. Acesso em: 25 de abril de 2016.

GARCIA, M. I. H.; PUERTO, P. P.; BAQUERO, M. F. Mineral and trace element concentrations of dairy products from goat's milk produced in Tenerife (Canary

Islands). **International Dairy Journal**, Oxford, v. 16, n. 2, p. 182-185, 2006.

HAENLEIN, G.F.W. About the evolution of goat and sheep milk production. **Small Ruminant Research**, Amsterdam, v.68, p. 3-6, 2007.

HOPKE, P. K. The evolution of chemometric. **Analytica Chimica Acta**, Amsterdam v.500, n.1-2, p.365-377, 2003.

INÁCIO, M. R. C. **Ferramentas quimiométricas aplicadas à classificação de amostras de leite em pó e quantificação de proteínas**.2010. 119p. Dissertação (Mestre em Química). Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, 2010.

INSTITUTO ADOLFO LUTZ. **Métodos físico-químicos para análise de alimentos**. 1º ed. digital. São Paulo: Instituto Adolfo Lutz, 2008.

INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFIA E ESTATÍSTICA. Censo agropecuário, 2006. Disponível em: <http://biblioteca.ibge.gov.br/visualizacao/periodicos/51/agro_2006.pdf>. Acesso em: 09 de mar 2015.

INSTITUTO BRASILEIRO DE GEOGRAFIA E ESTATÍSTICA. Produção da Pecuária Municipal, 2013. Disponível em: <ftp://ftp.ibge.gov.br/Producao_Pecuaria/Producao_da_Pecuaria_Municipal/2013/ppm2013.pdf>. Acesso em: 09 de mar 2015

LEITÃO, T. M. D. **Aplicações da espectroscopia de infravermelho próximo em Ciências Farmacêuticas**. 2012. 71p. Dissertação (Mestre em Ciências Farmacêuticas). Universidade Fernando Pessoa, Porto, 2012.

MADALOZZO, E. S. **Caracterização físico-química de ricotas via espectroscopia no infravermelho e métodos de calibração multivariada**. 2010. 83p.Dissertação (mestre em ciência e tecnologia dos alimentos). Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2010.

MADALOZZO, E. S.; SAUER, E.; NAGATA, N. Determination of fat, protein and moisture in ricota cheese by near infrared spectroscopy and multivariate calibration. **Journal Food Technol**. Chicago, v 52, p. 1649-1655, 2015.

MALUF, D.F. **Desenvolvimento e validação de métodos analíticos para determinação de sibutramina em forma farmacêutica e estudo de dissolução *in vitro***. 2008. 122 f. Dissertação (Mestrado em Ciências Farmacêuticas) - Universidade Federal do Paraná, - Curitiba, 2008.

MELO NETO, B. A. DE. **Aproveitamento de soro de leite de cabra na elaboração de pão de forma**. 2007. 60p. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2007.

MESQUITA, I. V. U; COSTA, R. G; QUEIROGA, R. E; MADEIROS, A. N. Efeito da dieta na composição química e características sensoriais do leite de cabras. **Revista do Instituto de Laticínios Candido Tostes**. Juiz de Fora: v.59, n. 337, 2004.

MILAGRES, F. R. **Avaliação da madeira de híbridos de *Eucalyptus globulus* com *e. grandis* e *e. urophylla*, para a produção de celulose, utilizando espectroscopia NIR.** 2009. 142 f. Dissertação (Magister Scientiae) – Universidade Federal de Viçosa, Viçosa, 2009.

MORIN, P.; BRITTEN, M.; FLORES, R. J.; POULIOT, Y. Microfiltration of Buttermilk and Washed Cream Buttermilk for Concentration of Milk Fat Globule Membrane Components. **Journal of Dairy Science**, v.90, n.5, p 2132-2140, 2007.

NATALINO, R. **Caracterização de açúcar mascavo aplicando análise das componentes principais a dados espectrométricos.** 2006. 52 f. Tese (“Magister Scientiae”) – Universidade Federal de Viçosa – Viçosa, 2006.

OLIVEIRA, M. E. G. de. **Desenvolvimento de formulações de bebidas lácteas fermentadas a partir de soro e leite de cabra.** 76f. 2009. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2009.

OLIVEIRA, R. R. **Aplicação da espectroscopia de infravermelho próximo para a determinação do caseinomacropéptido em leite UAT.** 2010. 63 f. Dissertação (Mestrado em Ciência Animal) - Universidade Federal de Goiás – Goiânia, 2010

OLIVEIRA, A. D. P. de. **Utilização de métodos quimiométricos para análise quantitativa de glibenclamida comprimido utilizando as espectroscopias de infravermelho próximo e raman – desenvolvimento e validação de uma estratégia de pat.** 2014. 99f. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2014.

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

PANTOJA, P. A. **Aplicação da espectroscopia de infravermelho próximo na caracterização da carga de petróleo para o processo de destilação atmosférica.** 2006. 122 f. Dissertação (Mestre em Engenharia Química). Universidade de São Paulo, São Paulo, 2006.

PARK, Y.W.; JUÁREZ, M.; RAMOS, M.; HAENLEIN, G. F. W. Physico-chemical characteristics of goat and sheep milk. **Small Ruminant Research**, Amsterdam v.68, n. 1, p 88-113, mar.,2007

PASQUINI, C. Review near infrared spectroscopy: Fundamentals, practical aspects and analytical applications. **Journal of the Brazilian Chemical Society**. São Paulo, v.14, p 198-219. 2003.

PINTO, F. A. **Metodologia da espectroscopia no infravermelho para análise dos soros provenientes da fabricação de queijos Minas padrão e prato.** 2010. 41p.Dissertação (Mestrado). Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2010.

RIBEIRO, A. C.; RIBEIRO, S. D. A. Specialty products made from goat milk. **Small Ruminant Research**, Amsterdam, v. 89, p. 225-33, 2010.

RICHARDS, N. S. P. S. Soro lácteo: perspectivas industriais e proteção ao meio ambiente. **Food Ingredientes**, São Paulo, v.3, n.17, p 20-27, 2002.

SALIBA, E. O. S.; GOTIJO NETO, M. M.; RODRIGUES, N.M.; MIRANDA, L. F.; Predição da composição química do sorgo pela técnica de espectroscopia de reflectância no infravermelho próximo. **Arquivo Brasileiro de Medicina Veterinária e Zootecnia**, Belo Horizonte, v. 55, n.3, p.357-360, 2003.

SANTOS, B.M. **Elaboração e caracterização de queijo de leite de cabra “tipo Coalho” com inclusão de leite de vaca**. 2008.109p. Dissertação (Mestrado em Ciências da Nutrição) – Centro de Ciências da Saúde, Universidade Federal da Paraíba, 2011.

SCARCELLI, F. A evolução do mercado de queijo em 2014 e suas perspectivas. **Revista Leite e Derivados**. São Paulo, ed.152, p 20-22., 2015.

SILVA, M.S.S. **Avaliação reológica e sensorial de doce cremoso produzido com soro de cabra, leite de vaca e polpa de umbu**. 2011. 62p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Agrícola) – Centro de Tecnologia e Recursos Naturais, Universidade Federal de Campina Grande, 2011.

SILVEIRA, E. O.; NETO, J. H. P. L.; SILVA, L.A.; RAPOSO, A.E.S.; CARDARELLI, H. R. Caracterização Físico-Química do soro de leite de cabra submetido a diferentes tratamentos térmicos. Simpósio Sobre Inovação na indústria de lácteos. **Anais...** Campinas, SP, 2013.

SIMAS, R. C. **Determinação de proteína bruta e aminoácidos em farelo de soja por espectroscopia no infravermelho próximo**. 2005. 119 f. Dissertação (Mestre em Química). Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2005

SKOOG, D. A.; HOLLER, F. J.; NIEMAN, T. A.; **Princípios de Análise Instrumental**. 5ª ed. Editora Oficial da Sociedade Brasileira de Química, Porto Alegre, 2002.

SOBRINHO, P. S. C. Desenvolvimento de uma bebida láctea a base de soro de leite fermentado e suco de maracujá. XVII CONGRESSO BRASILEIRO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA DE ALIMENTOS, **Anais...** Fortaleza - CE, p.11., 2000.

SOUZA, A. M.; BREITKREITZ, M. C.; FILGUEIRAS, P. R.; ROHWEDDER, J. J. R.; POPPI, R. J. Experimento didático de quimiometria para calibração multivariada na determinação de paracetamol em comprimidos comerciais utilizando espectroscopia no infravermelho próximo: um tutorial, parte II. **Química Nova**. São Paulo, v. 36, n 7, p1057-1065, 2013.

SOTELO, F. F. **Aplicação da espectroscopia de Infravermelho Proximo na caracterização de petróleo. Simulação de uma unidade de destilação**

atmosférica. 2006. 77 f. Tese (Doutorado em Engenharia Química) – Universidade de São Paulo, São Paulo, 2006.

SUASSUNA J. 2012. Leite de Cabra na Paraíba. **Revista Berro**. n 155. Disponível em: <<http://www.revistaberro.com.br/?materias/ler,1887>>. Acesso em 14 de março de 2015

SULTANEH, A.; ROHM, H. Using near infrared spectroscopy for the determination of total solids and protein content in cheese curd. **International Journal of Dairy Technology**, Oxford, v. 60, p 241-244, 2007.

TASHIMA, L.; CORREA, S.S.; CRUZ, A. J.S.D.G.; JORDÃO, I. M. Análise comparativa da composição centesimal do soro de leite bovino, caprino e ovino. Simpósio Sobre Inovação na indústria de lácteos. **Anais...** Campinas, SP, 2013.

USDEC. Ingredientes lácteos para uma alimentação saudável. **The United States Dairy Export Consil**. Oxford, v.2, n.4, p 1-3, 2000.

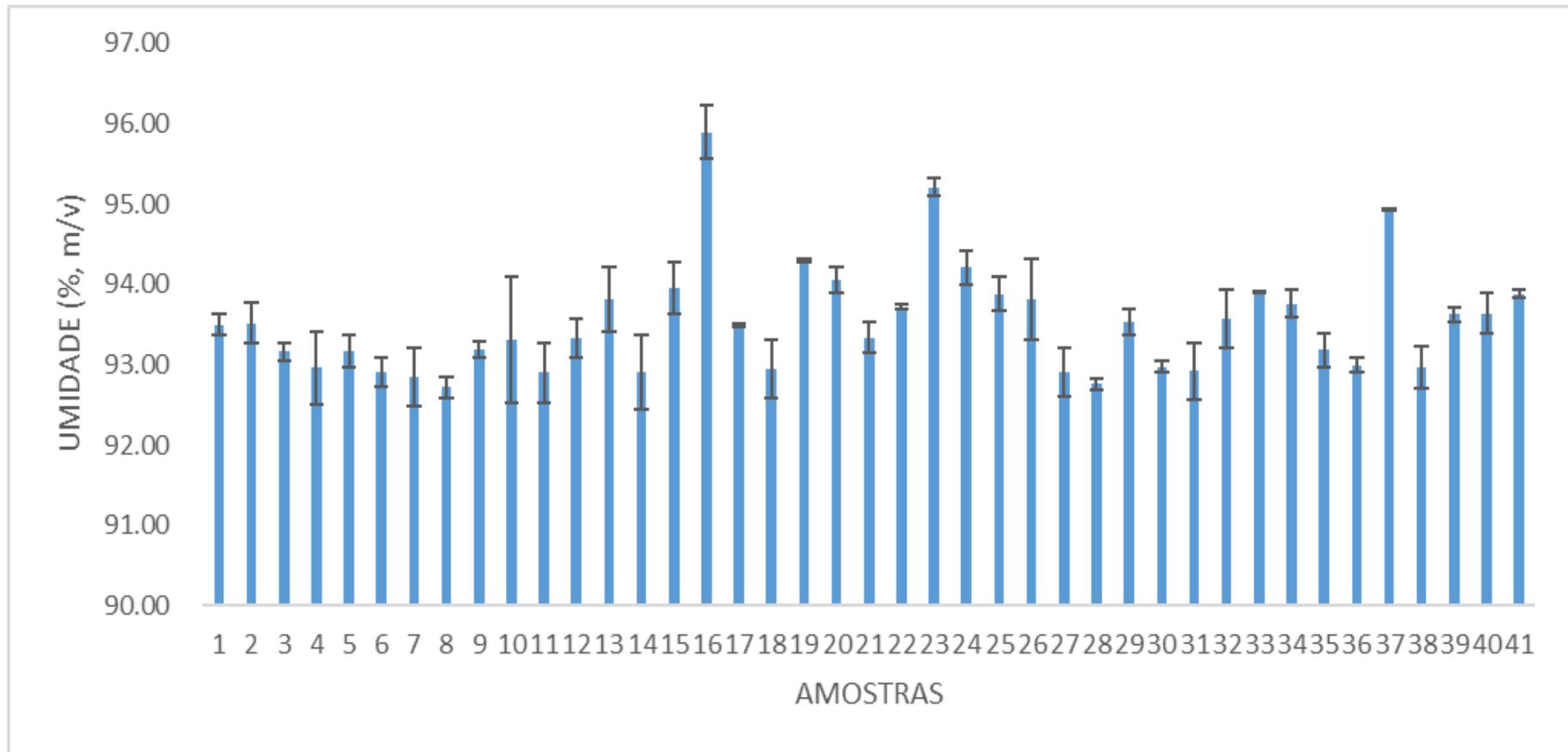
VASCONCELOS, F. V. C. **Uso da região espectral de sobretons para determinação do teor de biodiesel e classificação de misturas diesel/biodiesel adulterados com óleo vegetal**. 2011. 93f. Dissertação (mestre em Química) Universidade Federal da Paraíba, João Pessoa, 2011.

VENTUROSO, R.C; ALMEIDA, K.E.; RODRIGUES, A.M; DAMIN, M.R; OLIVEIRA, M.N. Determinação da composição físico-química de produtos lácteos: estudo exploratório de comparação dos resultados obtidos por metodologia oficial e por ultra-som. **Revista Brasileira de Ciências Farmacêuticas**. São Paulo, v.43, n.4, 2007.

ZENI, D. **Determinação de cloridrato de propranolol em medicamentos por espectroscopia no infravermelho com calibração multivariada (PLS)**. 2005. 64 f. Dissertação (Mestre em Química) – Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria, 2005.

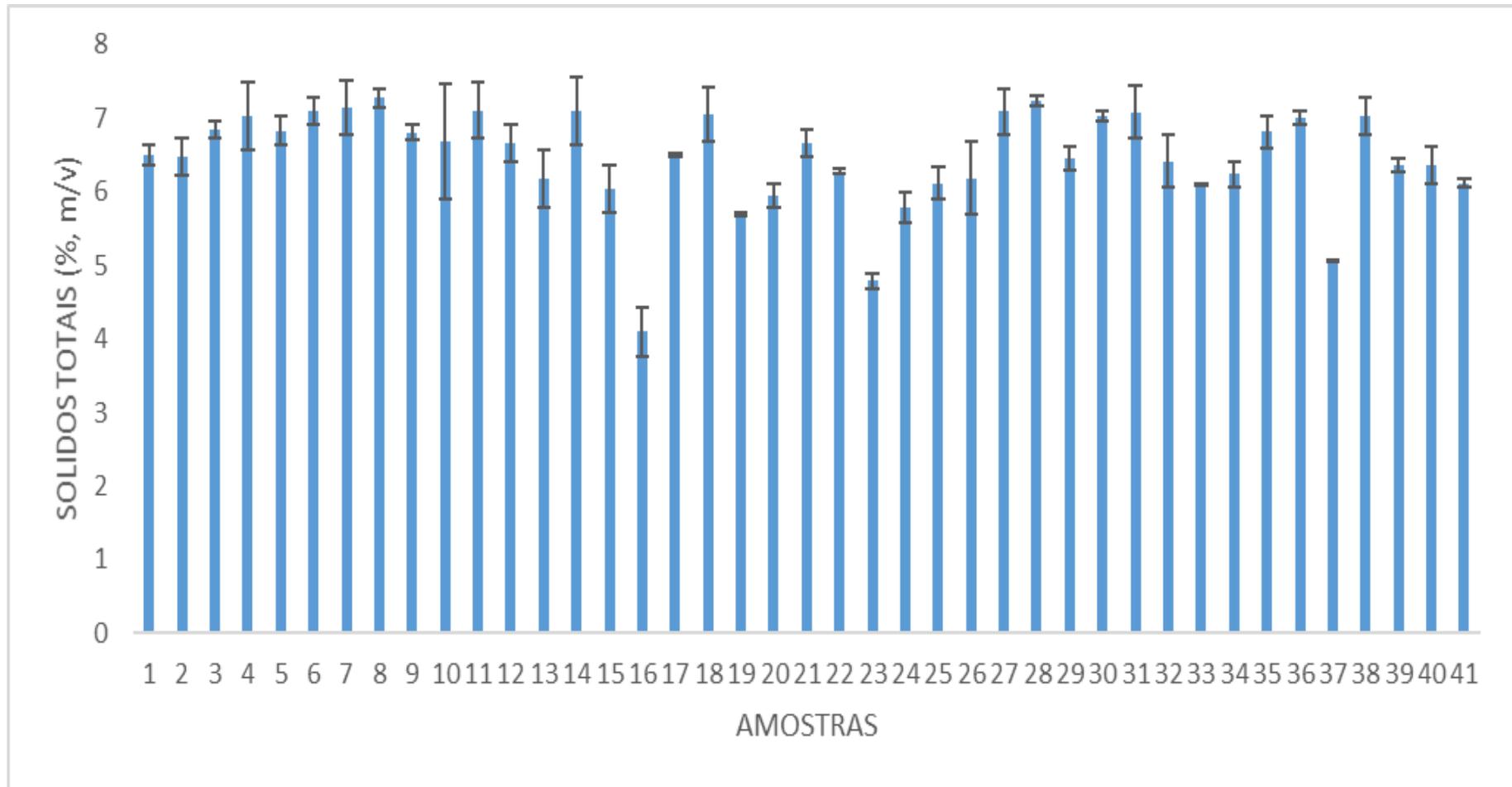
APÊNDICES

Apêndice 1 - Valores de umidade em diferentes lotes de soro de queijo de cabra (média \pm desvio padrão).



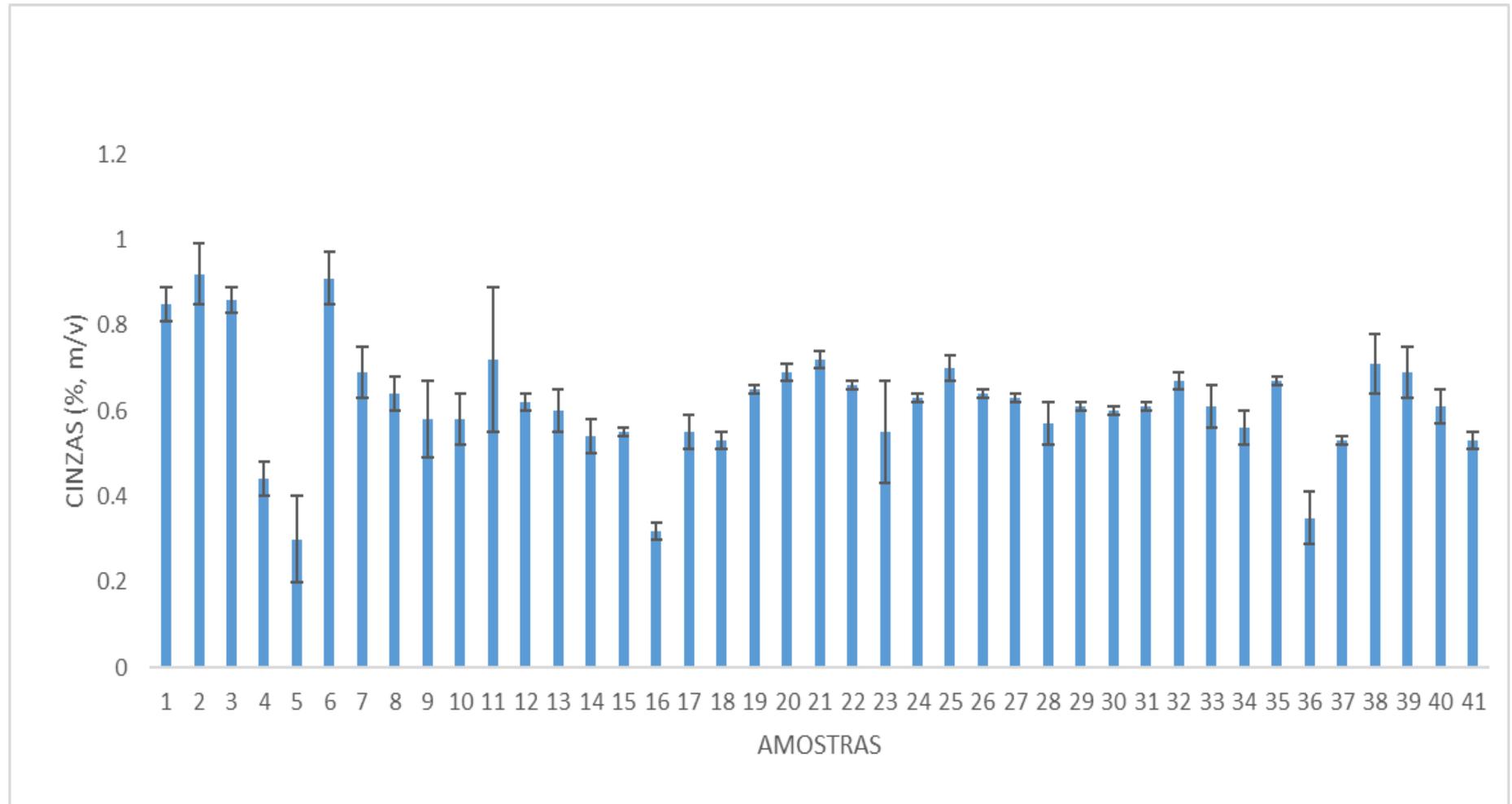
Fonte: o autor

Apêndice 2 - Valores de sólidos totais em diferentes lotes de soro queijo de cabra (média \pm desvio padrão).



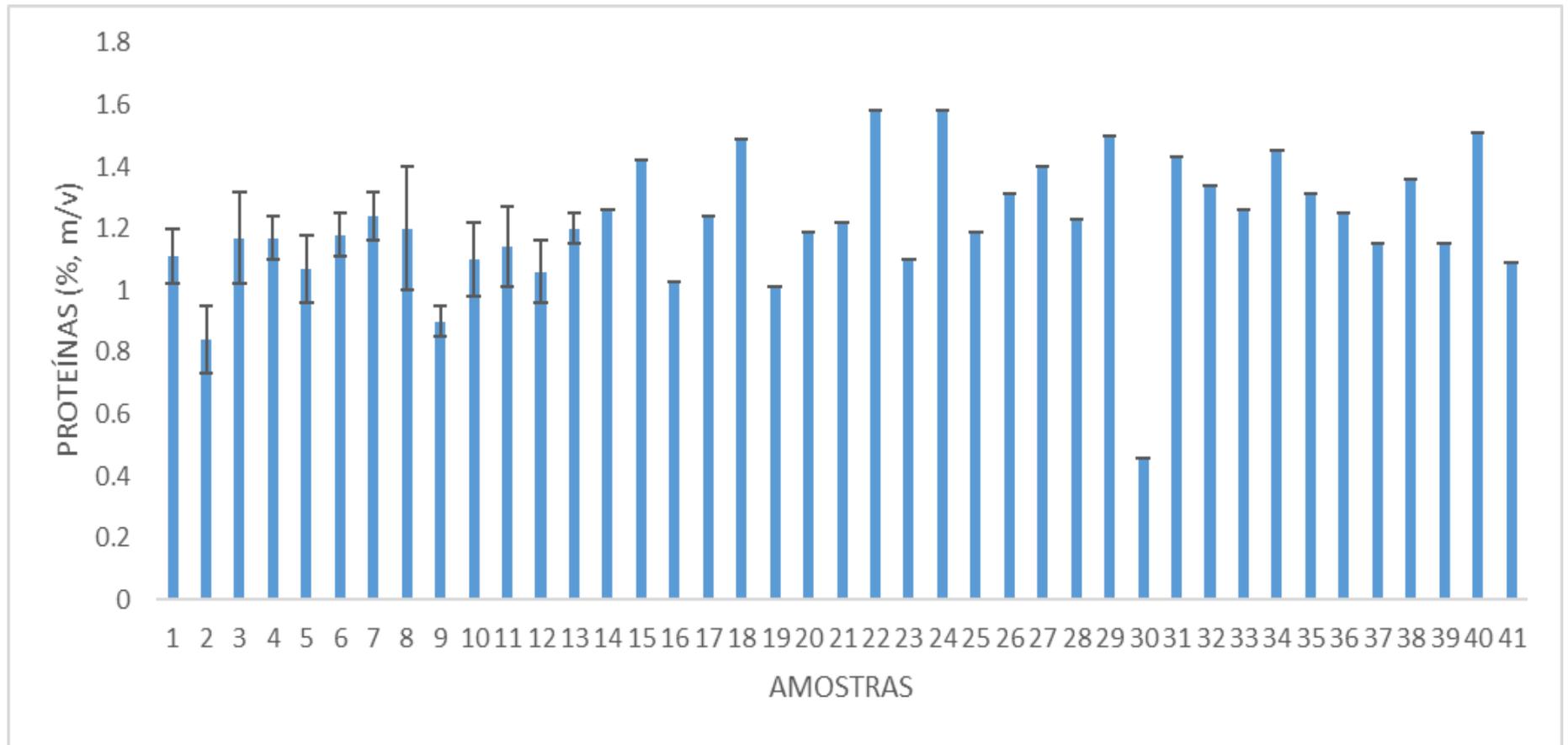
Fonte: o autor

Apêndice 3 - Valores de cinzas em diferentes lotes de soro queijo de cabra (média \pm desvio padrão).



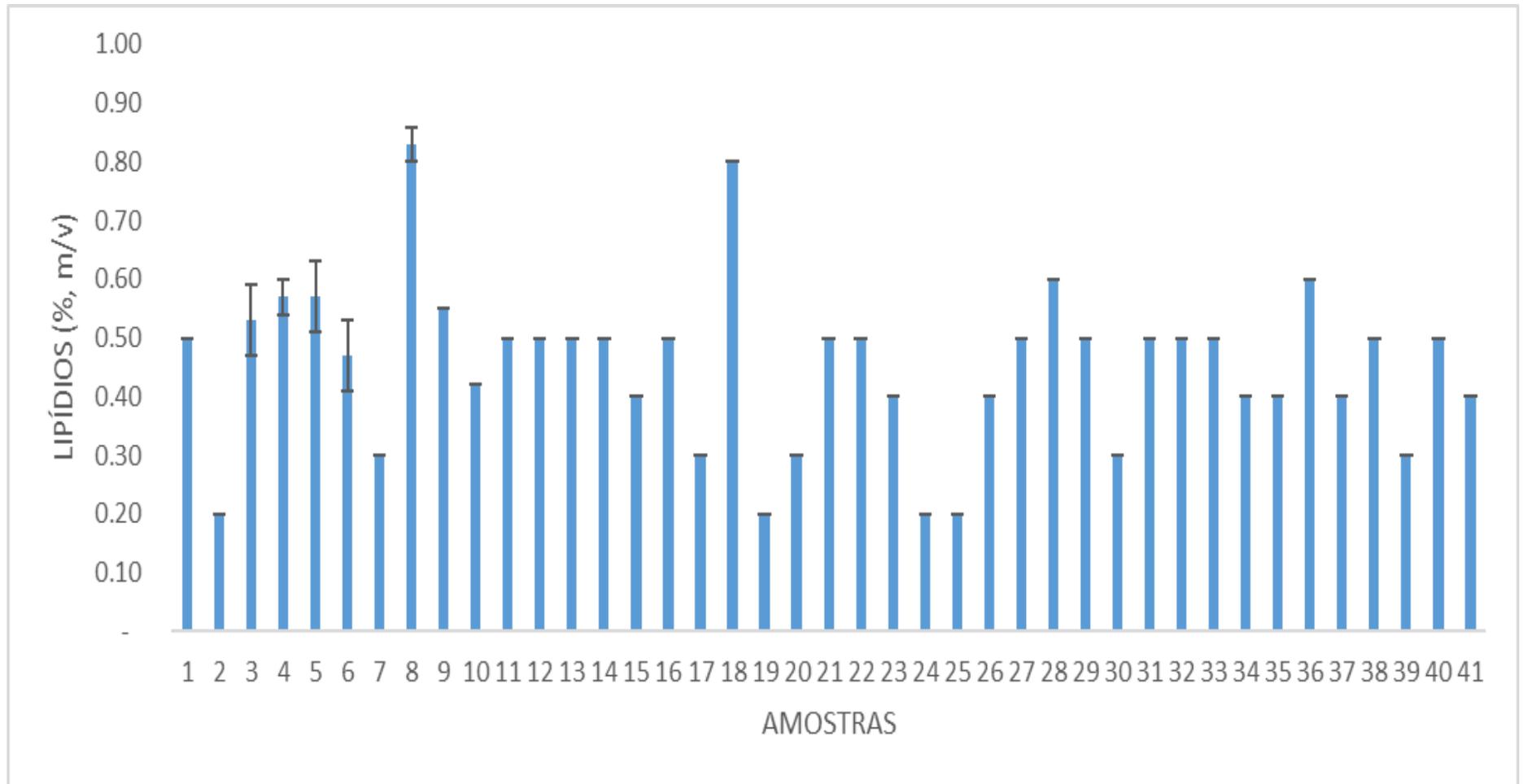
Fonte: o autor

Apêndice 4 - Valores de proteínas em diferentes amostras de soro de queijo de cabra (média \pm desvio padrão).



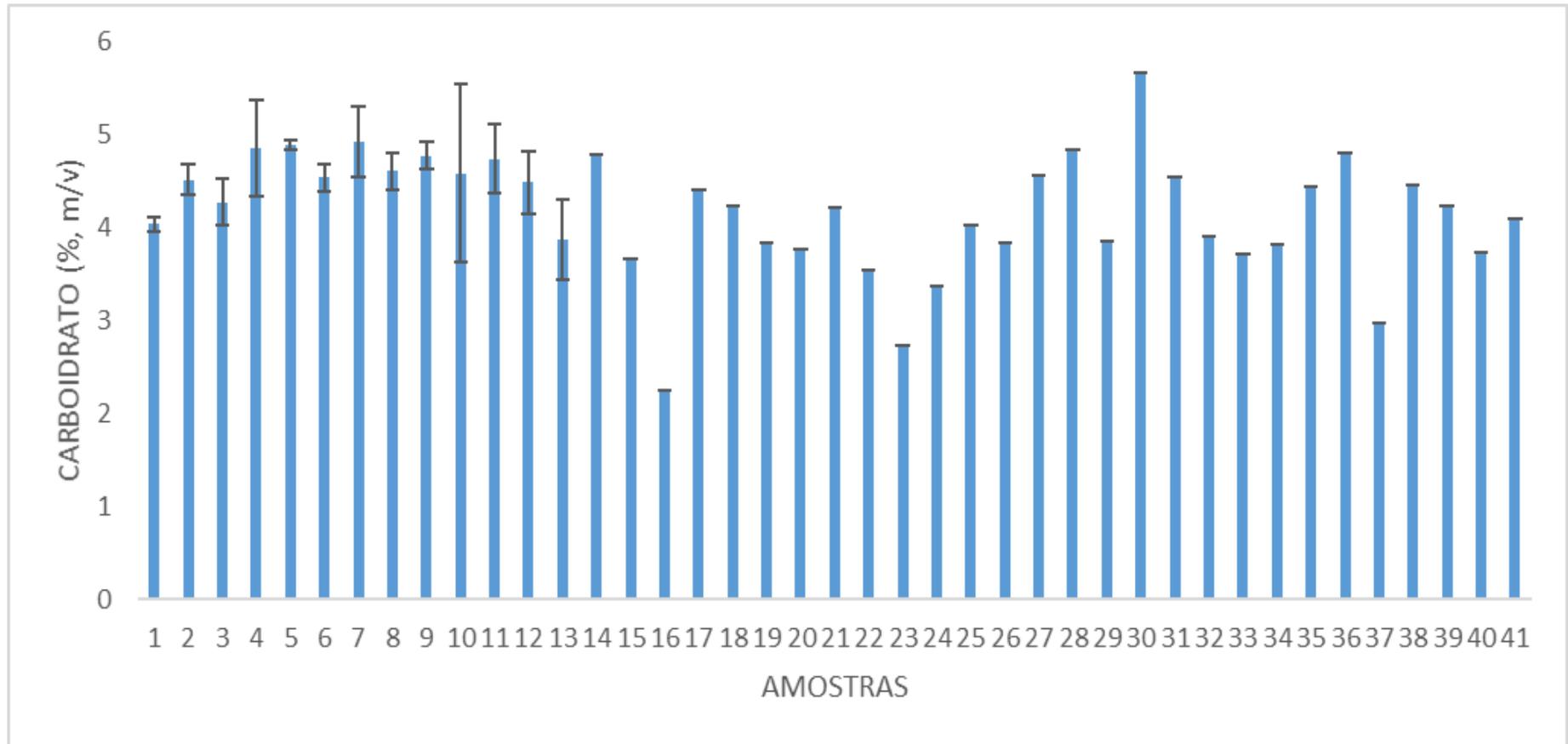
Fonte: o autor

Apêndice 5 - Valores de lipídeos em diferentes amostras de soro de queijo de cabra (média \pm desvio padrão).



Fonte: o autor

Apêndice 6 - Valores de carboidratos por diferença em diferentes amostras de soro queijo de cabra (média ± desvio padrão).



Fonte: o autor