

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA DE ALIMENTOS

"OBTENÇÃO DE LACTOSE A PARTIR DE PERMEADO DE SORO DE
QUEIJO E PERMEADO DE LEITE"

Parecer

Este exemplar corresponde a redação
final da Tese defendida por Ricardo
Calvo Costa e aprovada pela
Comissão Julgadora

RICARDO CALVO COSTA

em 06.12.95.

Orientador: Prof. Dr. SALVADOR M. ROIG

Salvador M. Roig

Tese apresentada à Faculdade de
Engenharia de Alimentos da Universidade
Estadual de Campinas para obtenção do
grau de Mestre em Tecnologia de Alimentos.

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA F.E.A. - UNICAMP

C823o	Costa, Ricardo Calvo Obtenção de lactose a partir de permeado de soro de queijo e permeado de leite / Ricardo Calvo Costa. -- Campinas, SP : [s.n.], 1995 Orientador: Salvador Massaguer Roig. Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia de Alimentos. 1. Lactose. 2. Soro de queijo I. Massaguer Roig, Salvador. ✓ II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Engenharia de Alimentos. III. Título.
-------	---

UNIDADE	BC		
N.º CHAMADA:	T/UNICAMP		
	C823o		
V.	F.		
TOMBO BOM	26881		
PREC.	667,196		
C	<input type="checkbox"/>	D	<input checked="" type="checkbox"/>
PREÇO	R\$. 11,00		
DATA	05/03/96		
N.º CPD			

CM-00085339-7

BANCA EXAMINADORA



Prof. Dr. Salvador Massaguer Roig (Orientador)



Prof. Dr. Carlos Alberto Gasparetto (Membro)



Prof. Dr. Raulfo Monte Alegre (Membro)



Prof. Dr. Roberto Herminio Moretti (Membro)

Campinas, 06 dezembro de 1995.

A meus pais Berta e Miguel,
pelo amor e apoio.
A minha esposa Sibeles,
pela dedicação e compreensão.

Agradecimentos

Ao Prof.Dr. Salvador Massaguer Roig por sua orientação.

A Eliana Paula Ribeiro pela colaboração e sugestões no trabalho e principalmente pela amizade.

À banca examinadora pelas suas sugestões e comentários.

Ao Instituto Mauá de Tecnologia por propiciar as condições para a realização deste trabalho.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pelo auxílio à pesquisa através da bolsa P.I.C.D.

A Cláudia Previário por seu auxílio durante a execução e preparo dos processamentos.

Aos funcionários da Escola de Engenharia Mauá, Daniel, Luís, Cristiane, Natalicio e Renato pela inestimável colaboração.

A meu irmão Miguel Calvo Costa pela editoração deste trabalho.

Ao apoio e amizade de minha irmã Berta.

E a todos que contribuíram para a realização deste trabalho.

SUMÁRIO

I. INTRODUÇÃO	1
II. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
II. 1. OCORRÊNCIA	4
II. 2. ESTRUTURA MOLECULAR	5
II. 3. PROPRIEDADES FÍSICO QUÍMICAS.....	6
II. 3. 1. Lactose α -hidratada.....	6
II. 3. 1. 1. Cristalizações Comuns.....	7
II.3.1.2. Formas Anidras da α -lactose.....	8
II. 3. 1. 2. 1. α -lactose Anidra (instável).....	8
II. 3. 1. 2. 2. α -lactose Anidra (estável).....	9
II. 3. 1. 2. 3. Lactose Amorfa Cristalina.....	9
II. 3. 2. β -lactose	9
II.4. MUTAROTAÇÃO	10
II.5. SOLUBILIDADE	12
II.6. CRISTALIZAÇÃO	13
II.7. PRODUÇÃO DE A-LACTOSE.....	16
III. MATERIAIS E MÉTODOS	30
III. 1. MATERIAL	30
III. 1. 1. Equipamentos e Aparelhos.....	30
III. 1. 2. Outros Materiais	31
III. 2. MÉTODOS.....	32
III. 2. 1. Soro de queijo	32
III. 2. 1. 1. Fabricação de queijo.....	32
III. 2. 1. 2. Descoloração do soro.....	33
III. 2. 1. 3. Ultrafiltração do soro.....	33
III. 2. 1. 4. Concentração.....	33

III. 2. 1. 5. Cristalização	34
III. 2. 2. Permeado de soro	34
III. 2. 3. Permeado de Leite	35
III. 2. 3. 1. Pasteurização do leite	36
III. 2. 3. 2. Ultrafiltração do leite	36
III. 2. 3. 3. Concentração do Permeado de Leite e Cristalização da Lactose do permeado de leite	37
III. 2. 3. 4. Lavagem dos Cristais de Lactose	37
III. 2. 3. 5. Secagem	37
III. 3. DETERMINAÇÕES FÍSICO-QUÍMICAS.....	38
III. 3. 1. Índice de refração(R).....	38
III. 3. 2. Nitrogênio Total (NT).....	38
III. 3. 3. Proteína Total (P).....	38
III. 3. 4. Teor de lactose (Método de Fehling modificado) (L).....	38
III. 3. 5. Teor de gordura (Lactobutirômetro de Gerber) (G).....	40
III. 3. 6. Acidez Titulável (A).....	40
III. 3. 7. Umidade (U).....	40
III. 3. 8. Determinação do pH (pH).....	40
III. 3. 9. Teor de Cinzas (C).....	40
III. 4. LIMPEZA DAS UNIDADES DE ULTRAFILTRAÇÃO.....	42
III. 4. 1. Limpeza da Unidade ALFA-LAVAL UFS-1	42
III. 4. 1. 1. Limpeza Alcalina.....	42
III. 4. 1. 2. Enxague.....	42
III. 4. 1. 3. Limpeza Ácida.....	42
III. 4. 1. 4. Enxague.....	42
III. 4. 1. 5. Sanificação	42
III. 4. 1. 6. Enxague.....	42

III. 4. 2. Limpeza da Unidade de Ultrafiltração CARBOSEP	43
III. 4. 2. 1. Limpeza Alcalina.....	43
III. 4. 2. 2. Enxague.....	43
III. 4. 2. 3. Limpeza Ácida.....	43
III. 4. 2. 4. Enxague.....	43
III. 4. 2. 5. Sanificação	43
III. 4. 2. 6. Enxague.....	43
IV. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	44
IV. 1. SORO DE QUEIJO	44
IV. 1. 1. Obtenção do Soro de Queijo	44
IV. 1. 2. Descoloração do Soro de Queijo	45
IV. 1. 3. Ultrafiltração do Soro	46
IV. 1. 4. Concentração do Permeado de Soro.....	47
IV. 1. 5. Cristalização	47
IV. 1. 6. Separação e Secagem	48
IV. 2. SORO DE QUEIJO ULTRAFILTRADO	48
IV. 2. 1. Obtenção do Permeado de Soro de Queijo	49
IV. 2. 2. Concentração Ótima de Pasta Descorante	50
IV. 2. 3. Obtenção de Cristais de Lactose a partir Permeado de Soro de Queijo Minas Frescal (2º Experimento)	53
IV. 3. PERMEADO DE LEITE.....	54
IV. 3. 1. Obtenção do Permeado de Leite.....	54
IV. 3. 2. Descoloração do Permeado de Leite	55
IV. 3. 3. Obtenção de Cristais de Lactose a partir de Permeado de Leite Descolorido (3º Experimento)	56
IV. 3. 4. Obtenção de Cristais de Lactose a partir de Permeado de Leite	57

IV. 3. 5. Obtenção de Cristais de Lactose Lavados com Água a partir de Permeado de Leite (5º Experimento).....	59
IV. 3. 6. Obtenção de Cristais de lactose a partir de Permeado de Leite com o Uso de Antiespumante (6º Experimento).....	61
IV. 3. 7. Obtenção do Permeado (7º, 8º e 9º Experimentos).....	62
IV. 3. 7. 1. Obtenção de Cristais de Lactose a partir de Permeado de Leite com o Uso de Antiespumante (7ºExperimento).....	62
IV. 3. 7. 2. Obtenção de Cristais de Lactose com Semeadura a partir de Permeado de Leite (8º Experimento).....	63
IV. 3. 7. 3. Obtenção de Cristais de Lactose com Semeadura, a partir de Permeado de Leite e com o Uso de Antiespumante (9ºExperimento).....	64
V. CONCLUSÃO	71
VI. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	72

ÍNDICE DE TABELAS

TABELA I. 1:	Quantidade importada e preços da lactose no período de 1983 a 1992.....	1
TABELA II. 1:	Especificação dos vários graus de lactose comercializada.	17
TABELA III. 1:	Resumo das determinações efetuadas em cada etapa dos ensaios.	41
TABELA IV. 1:	Composição química do leite cru e do leite pasteurizado (1º experimento).....	44
TABELA IV. 2:	Composição química do soro de queijo minas (frescal).	45
TABELA IV. 3:	Acidez Titulável e pH do soro de queijo minas frescal durante a descoloração com carvão ativo e negro de ossos (1º experimento).....	45
TABELA IV. 4:	Composição do permeado de soro de queijo após o processo de descoloração (1º experimento).....	46
TABELA IV. 5:	Características dos cristais de lactose obtidos do permeado de soro de queijo tratado com 1,0 % de pasta descorante (1º experimento).....	48
TABELA IV. 6:	Teores de resíduo seco, cinzas, teor de lactose, nitrogênio e índice de refração para o leite cru e leite pasteurizado (2º experimento).....	49
TABELA IV. 7:	Composição química do soro de queijo minas frescal (2º experimento).....	50
TABELA IV. 8:	Teores de nitrogênio total, lactose, cinzas, resíduo seco e índice de refração para o permeado de soro.....	50
TABELA IV. 9:	Acidez e cor de permeado de soro de queijo tratado com pasta descorante de negro de ossos e carvão ativo.	52

TABELA IV. 10:	Nitrogênio total, cinzas e umidade dos cristais de lactose obtidos a partir de permeado de soro de queijo minas frescal tratado com carvão ativo e negro de ossos (2° experimento)....	53
TABELA IV. 11:	Características do leite pasteurizado (3° experimento).	54
TABELA IV. 12:	Teor de acidez titulável e lactose do permeado de leite (3° experimento).....	54
TABELA IV. 13:	Diferentes teores de carvões utilizados, teores de cinzas e cor obtida após o tratamento de descoloração.	55
TABELA IV. 14:	Características do leite e do permeado de leite (4° experimento)	57
TABELA IV. 15:	Características dos cristais de lactose de permeado de leite, após lavagem (4° experimento).....	58
TABELA IV. 16:	Características dos cristais de lactose de permeado de leite, lavados com vapor de água e água destilada a 6 °C (4° experimento).....	59
TABELA IV. 17:	Composição química do leite e do permeado de leite ultrafiltrado (5° e 6° experimentos).	60
TABELA IV. 18:	Características dos cristais de lactose lavados, obtidos a partir do permeado de leite (5° experimento).	60
TABELA IV. 19:	Características dos cristais de lactose, obtidos a partir do permeado de leite e com o uso de antiespumante (6° experimento).....	61
TABELA IV. 20:	Composição química do leite e do permeado de leite ultrafiltrado (7°, 8° e 9° experimentos).	62
TABELA IV. 21:	Características dos cristais de lactose, obtidos a partir do permeado de leite com o uso de antiespumante (7° experimento).....	63

TABELA IV. 22:	Determinações químicas dos cristais de lactose com semeadura, obtidos a partir do permeado de leite (8 ^o experimento).....	64
TABELA IV. 23:	Determinações químicas dos cristais de lactose, obtidos a partir de permeado de leite com adição de antiespumante e semeadura (9 ^o experimento)..	65
TABELA IV. 24:	Apresentação sumarizada dos nove experimentos.....	66

ÍNDICE DE FIGURAS

FIGURA I. 1:	Massa importada e valor US\$-FOB no período de 1983 a 1992.....	2
FIGURA II. 1:	Fórmula Estrutural da α e β -lactose.....	5
FIGURA II. 2:	Fórmulas cristalinas da α -lactose hidratada.....	6
FIGURA II. 3:	Efeito da temperatura na relação de equilíbrio $\alpha \leftrightarrow \beta$	10
FIGURA II. 4:	Efeito do pH na constante de velocidade de mutarotação....	11
FIGURA II. 5:	Curvas de solubilidade da lactose	13
FIGURA II. 6:	Efeito do pH sobre a solubilidade e precipitação dos cristais de lactose.	14
FIGURA II. 7:	Processos de obtenção da lactose.....	18
FIGURA II. 8:	Processo "Centri-Whey" para precipitação de proteína e obtenção de lactose.....	21
FIGURA II. 9:	Representação esquemática do fluxo osmótico (a), equilíbrio osmótico (b) e osmose reversa (c).....	22
FIGURA II. 10:	Separação e concentração da lactose por ultrafiltração do soro de queijo e osmose reversa do permeado de soro de queijo.....	24
FIGURA II. 11:	Obtenção da lactose a partir do leite ou soro.....	26
FIGURA II. 12:	Fluxograma do processo DDS para obtenção da lactose.....	27
FIGURA III. 1:	Fluxograma de processo a partir do soro de queijo.....	32
FIGURA III.2:	Fluxograma de processo a partir do permeado de soro.....	35
FIGURA III.3:	Fluxograma de processo a partir do permeado de leite.....	36

RESUMO

Neste trabalho foi estudada a extração de lactose a partir de permeado de leite e de permeado de soro de queijo, obtidos por ultrafiltração de leite e soro de queijo.

A antecipação da etapa de descoloração foi estudada com o objetivo de eliminar a etapa de refino no processo tradicional e obter uma lactose de alto teor de pureza. A pasta descorante composta de 75% de carvão ativo e negro de ossos e 25% de ácido clorídrico concentrado foi adicionada aos permeados de leite e de soro de queijo, e somente resultou em descoloração quando foram utilizados teores de pasta superiores a 8% da massa de lactose presente no permeado.

Os melhores resultados foram obtidos a partir de permeado de leite, obtido através de ultrafiltração de leite em um sistema de ultrafiltração dotado de membranas minerais, sem descoloração do permeado. Os compostos coloridos foram retidos durante o processo de ultrafiltração resultando em um permeado límpido.

O melhor processo obtido para extração de lactose a partir de permeado foi ultrafiltração do leite em membrana mineral, seguido de concentração à vácuo do permeado, cristalização, separação, lavagem dos cristais com água a 5°C e secagem.

A partir de permeado de leite com 0,027% de nitrogênio total, 0,49% de cinzas e 4,71 % de lactose foi obtida lactose com 99,37% de pureza, 0,66% de cinzas e 0,07% de nitrogênio total.

ABSTRACT

The lactose extraction by ultrafiltration from milk and whey permeates was studied.

The aim of this work was to eliminate the refining step of the traditional process and produce a high purity level lactose yield before the discolouring step. The discolouring paste which is made of 75% of a mixture of active carbon and black bone and 25% of concentrated hydrogen chloride was added to milk and whey permeates resulting in discolouring only when the paste concentration was higher than 8% in relation to the lactose mass in the permeate.

The best results came from milk permeate processed in a mineral membranes milk ultrafiltration system without the discolouring step. The colouring compounds were retained in the ultrafiltration process resulting in a cleaned permeate.

The best process to lactose extraction from permeate was milk ultrafiltration in a mineral membrane system followed by permeate vacuum concentration, cristalization, separation and cristal washing with water at 5°C and drying.

From milk permeate with 0,027% total nitrogen, 0,49% ash and 4,71% of lactose it was possible to obtain lactose with a purity of 99,37%, 0,66% ash and 0,07% total nitrogen contents.

I. INTRODUÇÃO

O soro de queijo é considerado um dos resíduos mais poluentes da indústria de alimentos, possuindo não apenas uma elevada taxa de demanda biológica de oxigênio (D.B.O.), como uma elevada taxa de demanda química de oxigênio (D.Q.O.). Para cada quilograma de queijo produzido são obtidos 9 kg de soro de queijo, o que gera um grande volume de resíduo industrial. A aplicação desse resíduo em um outro processo possibilita uma nova fonte de renda além de eliminar parte dos efeitos poluentes desse efluente.

De acordo com o Ministério da Agricultura a produção de queijos vem crescendo a uma taxa média de 4,6 % ao ano, o que significa uma produção de aproximadamente 2,2 milhões de toneladas de soro de queijo em 1992, no Brasil, valor mais que suficiente para extrair a lactose na forma cristalina e de xarope quimicamente puros, utilizados nas indústrias farmacêuticas e alimentícias que atualmente importam esses insumos.

De acordo com a Carteira de Comércio Exterior - CACEX (BRASIL, 1993), em 1992 o Brasil importou aproximadamente 1280 toneladas de lactose e xarope de lactose quimicamente puros, o que corresponde a um montante de US\$ 1.460.000 (FOB). Dados referentes à massa importada e ao preço (US\$ - FOB) da lactose, no período de 1983 a 1992, são apresentados na Tabela I.1.

TABELA I.1: Quantidade importada e preços da lactose no período de 1983 a 1992.

Ano	Quantidade importada (kg)	US\$ (FOB)	US\$ (FOB/kg)
1983	308.958	211.922	0,69
1984	383.764	241.901	0,63
1985	509.600	296.924	0,58
1986	1.073.502	805.541	0,75
1987	846.814	757.450	0,89
1988	597.884	563.554	0,94
1989	1.335.369	1.294.757	0,96
1990	1.307.733	1.330.049	1,02
1991	1.651.884	1.507.549	0,91
1992	1.281.799	1.461.029	1,14

Segundo os dados da CACEX, a lactose importada pelo Brasil é procedente dos Países Baixos, Estados Unidos, Alemanha, Bélgica e Nova Zelândia. A taxa de importação vigente desde 01/07/93 é de 20 % e o imposto sobre produtos industrializados (IPI) é zero.

Na Figura I.1 encontram-se na forma de gráfico de barras os dados da Tabela I.1.

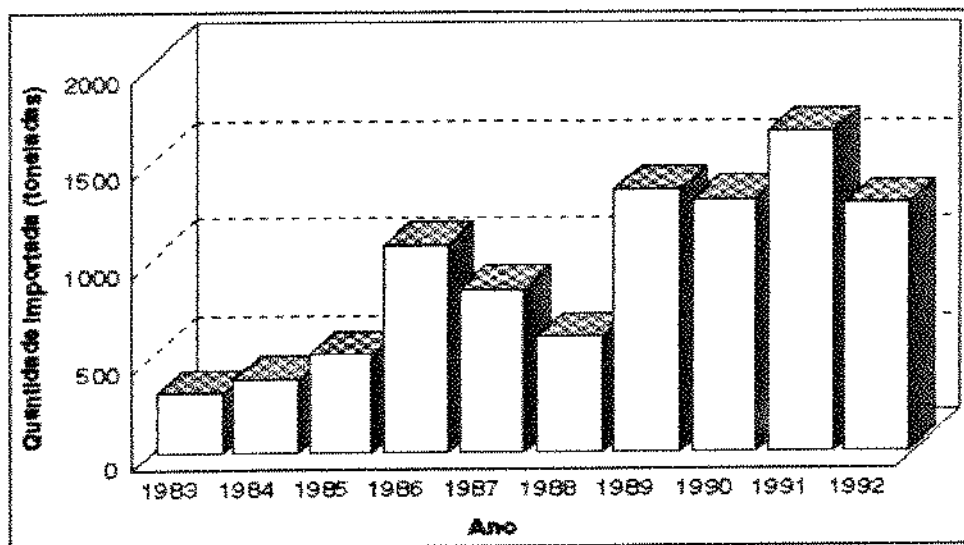


FIGURA I. 1: Massa importada e valor US\$ -FOB no período de 1983 a 1992.

É provável que o consumo variável da lactose seja função dos diferentes planos econômicos ocorridos no período.

A lactose também conhecida como açúcar do leite é utilizada na indústria farmacêutica como suporte do princípio ativo de comprimidos e pílulas.

Na indústria alimentícia, a lactose pode ser utilizada como: fixador de aromas, emulsionante, caramelizador de produtos fritos, absorvente de pigmentos, açúcar de cobertura para enfeite e tostagem em pães, bolos e biscoitos e melhorador da digestibilidade em alimentos infantis "baby food". As aplicações na indústria panificadora se devem à lactose não ser fermentável pelas leveduras utilizadas nesses produtos.

No aspecto tecnológico, este trabalho visa o desenvolvimento de tecnologia de produção de lactose com o uso da ultrafiltração, como uma das etapas de fracionamento do soro de queijo.

A ultrafiltração é um processo de separação largamente utilizado nos países altamente industrializados, na separação da fase lipoproteica do soro, na concentração da fase lipoproteica do leite, para a fabricação de produtos fermentados como iogurte e queijos e na concentração de sucos, dentre outras aplicações.

O presente trabalho tem como objetivo a obtenção de lactose no estado cristalino α no maior grau de pureza possível.

II. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

II. 1. OCORRÊNCIA

A lactose (4-O- β -D-galactopiranosil-D-glucopiranosose) é o carboidrato característico do leite, também chamado de açúcar do leite. Praticamente o leite dos mamíferos é a sua única fonte. O teor de lactose contida no leite é afetada pela idade, estado de lactação, hereditariedade e saúde do animal, WALSH (citado por WEBB, JOHNSON & ALFORD, 1978).

A composição média do leite bovino é a seguinte : 4,8 % de lactose, 3,7 % de gordura e 3,4 % de proteína. O teor de sólidos totais em média é de 12,7 %. A lactose varia em torno de 50 a 52 % dos sólidos totais do leite de vaca desnatado, JENNESS (citado por WEBB et alii, 1978).

A composição média do soro de queijo é 93,0 % de água e 7,0 % de sólidos totais, sendo 4,9 % de lactose, 0,9 % de compostos nitrogenados (0,5 % de compostos proteicos coaguláveis pelo calor e 0,4 % compostos nitrogenados não coaguláveis pelo calor), 0,6 % de cinzas, 0,3 % de gordura e 0,2 % de ácido láctico (WEBB e WHITTIER, 1970).

II. 2. ESTRUTURA MOLECULAR

A lactose é um dissacarídeo que por hidrólise produz D-glicose e D-galactose. A 4-O- β -D-galactopiranosil-D-glucopiranosose ocorre nas formas α e β .

As configurações α e β da lactose são distinguidas a partir da α , que é a forma de maior rotação na direção dextrógira.

A β -lactose é descrita como uma α -lactose que sofreu uma inversão entre a hidroxila (OH) e o hidrogênio (H) no grupo redutor. (PFEFFER et alii, 1979)

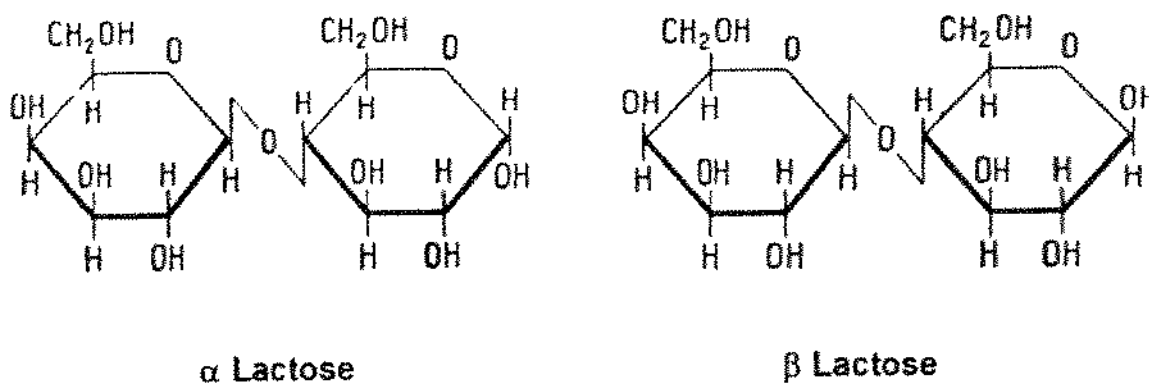


FIGURA II.1: Fórmula Estrutural da α e β -lactose

II. 3. PROPRIEDADES FÍSICO QUÍMICAS

A lactose encontra-se naturalmente em duas formas cristalinas a α -monohidratada e a β -anidro ou como uma mistura de cristais amorfos α e β -lactose. Outras formas podem ocorrer em condições especiais:

II. 3. 1. Lactose α -hidratada

HERRINGTON e HUNZIKER & NISSER (citados por WONG, 1988) afirmam que a lactose comercial é uma α -lactose monohidratada ($C_{12}H_{22}O_{11} \cdot H_2O$). Ela é obtida através da concentração de solução aquosa de lactose até a supersaturação e posterior cristalização a temperaturas inferiores a $93,5^\circ C$. Estável na forma sólida a temperatura normais, pode apresentar várias configurações cristalinas dependendo das condições da cristalização. As formas mais familiares são a de prisma e de machado. Na Figura II.2 são apresentadas as várias formas cristalinas da α -lactose hidratada (WONG, 1988).

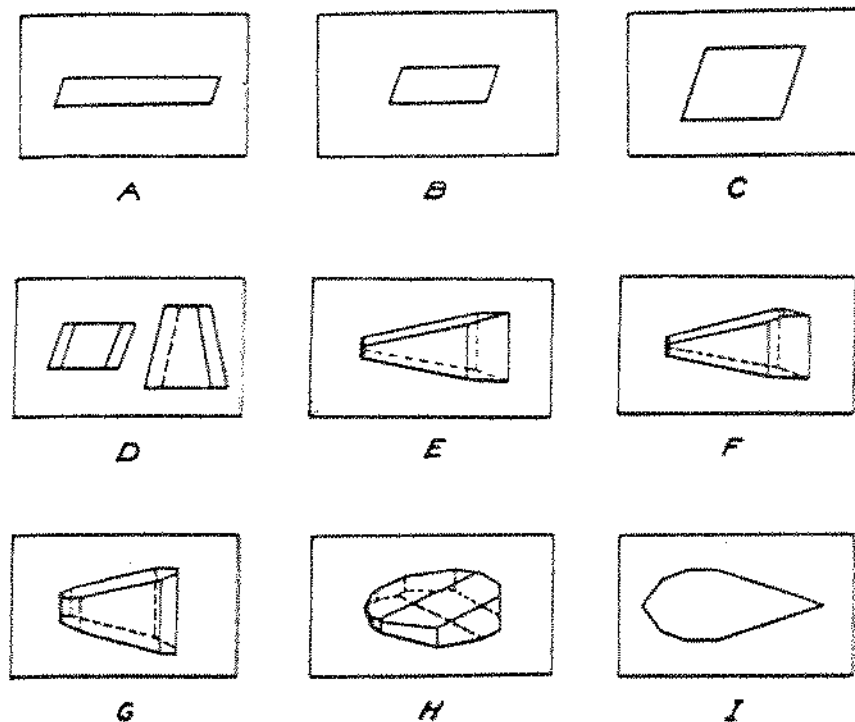


FIGURA II.2: Formas cristalinas da α -lactose hidratada. (A) Prisma, formada quando a velocidade de crescimento é muito elevada. (B) Prisma, formada quando a velocidade é mais lenta que a forma cristalina A. (C) "Diamond-shaped plates", transição entre a forma de prisma e a de pirâmide. (D) Pirâmide, resultado do aumento de densidade da forma C. (E) Machado, uma pirâmide alta com as faces oblíquas em relação a base. (F) Machado, representado de uma outra maneira. (G) A forma de machado mais comum. (H) A forma cristalina com 13 faces. (I) Contorno da forma cristalina H (WONG, 1988).

Devido à baixa solubilidade e à difícil remoção, os cristais de lactose produzem uma sensação arenosa na boca ("SANDINESS"), que é descrita como um defeito na textura de sorvetes, leite condensado e queijos. Quando os cristais possuem dimensões menores que $10\ \mu$ são imperceptíveis na boca. Caso os cristais tenham dimensões maiores que $16\ \mu$ podem ser tolerados em pequeno número. Já no caso de cristais maiores ou iguais a $30\ \mu$, poucos cristais são necessários para produzir sensação arenosa conforme HUNZIKER e NICKERSON (citado por WEBB et alii, 1978).

II. 3. 1. 1. Cristalizações Comuns

A forma cristalina depende das condições de cristalização. O principal fator é a pressão de precipitação. Quando esta pressão é alta, a cristalização é rápida e o contorno cristalino é o de prisma. Quando tem-se o inverso a cristalização é lenta e os formatos cristalinos são piramidal, machado e formato de diamante ("diamond-shape plates"). Todos os formatos cristalinos da lactose provenientes de produtos lácteos possuem formato de machado.

De acordo com WEBB et alii (1978), citando HERRINGTON (1934) e KREVALD & MICHAELS (1965), a taxa de cristalização aumenta rapidamente com o aumento da concentração: supersaturação - pressão de precipitação (KREVALD & MICHAELS, 1965; TWIEG & NICKERSON, 1968).

A cristalização em produtos lácteos é bastante complexa, devido às impurezas presentes (outros componentes do leite). Estas inibem as formações de núcleos impedindo o crescimento dos cristais em alguns casos. Em outros casos elas promovem a formação de cristais em formatos irregulares. (NICKERSON, 1962).

Existem aditivos que podem acelerar ou retardar a cristalização. Os mecanismos são opostos. Os aceleradores aumentam a taxa de cristalização pela diminuição da diferença de energia para o deslocamento dos centros das faces dos cristais. Já os inibidores retardam a propagação e absorção do aditivo pela face do cristal. (MICHAELS & VAN KREVALD, 1966).

De acordo com NICKERSON & MOORE (1974A), a lavagem dos cristais de α -lactose com água destilada, aumenta a taxa de cristalização pela remoção das impurezas acumuladas na superfície do cristal.

Segundo MICHAELS & VAN KREVALD (1966), tanto o metanol como o etanol aceleram a taxa de cristalização em 30 a 60 %, mesmo para baixas concentrações de lactose (1%). O mecanismo pelo qual a taxa de cristalização aumenta é desconhecida. Supõe-se que o aumento deve-se à elevação da supersaturação e ou formação espontânea de núcleos.

A taxa de cristalização é elevada com a diminuição do pH ($\text{pH} < 1$), conforme estudos de JELEN & COULTER (1973). Esse efeito se deve ao aumento da velocidade de mutarrotação pela diminuição do pH (NICKERSON & MOORE, 1974B).

Ao estudar a taxa de crescimento de cristais de lactose, JELEN & COULTER (1973), verificaram que a presença de determinados sais presentes no soro de queijo podem acelerar a taxa de cristalização ou mesmo alterar a forma cristalina da lactose. Cloreto de cálcio, ao nível de 10 % das impurezas, pode acelerar a taxa de crescimento em até três vezes.

A riboflavina pode ser adsorvida durante o crescimento do cristal de lactose, provocando a alteração da forma cristalina da lactose. A adsorção da riboflavina depende da concentração da mesma, do grau de supersaturação e da temperatura. A não adsorção da riboflavina ocorre abaixo de uma concentração crítica (2,5 $\mu\text{g/ml}$). Acima desse valor a adsorção é linear com o aumento da concentração de riboflavina LEVITON (1943) e MICHAEL & VAN KREVALD (1966).

II.3.1.2. Formas Anidras da α -lactose

Segundo WEBB et alii (1978), ao remover a água do retículo cristalino, criam-se as formas anidras:

II. 3. 1. 2. 1. α -lactose Anidra (instável)

A α -lactose anidra é produzida pelo aquecimento a vácuo da α -lactose hidratada a temperaturas superiores a 100 °C, seu ponto de fusão é de 222,8 °C, sendo bastante higroscópica e instável em condições normais, apenas sendo estável na presença de ar seco.

De acordo com BUMA & WIEGERS, 1967 (citado por WONG, 1988), a α -lactose anidra é de difícil obtenção para elevados teores de pureza. Deve-se secar a α -lactose a 100 °C durante 48 horas para obter-se de 90 a 95 % de α -lactose anidra e o restante cristaliza-se na configuração β .

II. 3. 1. 2. 2. α -lactose Anidra (estável)

Obtida do aquecimento da α -lactose hidratada a temperaturas entre 100 e 190 °C à pressão atmosférica. Difere da anterior principalmente pela maior densidade, estabilidade e relativa baixa higroscopicidade.

PARRISH et alii (citado por WONG, 1988) afirma poder produzir-se uma forma diferente de α -lactose anidra ao secar lactose dissolvida em álcoois com metanol, etanol, propanol ou n-butanol. A α -lactose anidra obtida em configurações cristalinas especiais forma-se conforme o álcool utilizado.

II. 3. 1. 2. 3. Lactose Amorfa Cristalina

A lactose amorfa cristalina é composta de uma mistura em equilíbrio de α e β -lactose, bastante higroscópica, que ao absorver umidade torna-se pegajosa, é encontrada no leite em pó e é responsável pela forma amorfa do mesmo.

Forma-se quando a solução de lactose sofre uma secagem rápida. Devido ao rápido aumento da viscosidade, a cristalização não ocorre, formando-se a α e β -lactose amorfa. Esse tipo de lactose é obtido em secadores por atomização

II. 3. 2. β -lactose

A β -lactose é obtida a temperaturas superiores a 93,5 °C durante a fase de cristalização. A forma anidra obtida dessa maneira é mais doce e solúvel que a forma α -cristalina.

Pode-se obter β -lactose a partir de α -lactose através do aquecimento com refluxo com metanol e hidróxido de sódio. Também pode-se utilizar etanol, n-propanol ou n-butanol como solventes e sais de potássio de acordo com PARRISH citado por WONG (1988).

II.4. MUTARROTAÇÃO

De acordo com WEBB et alii, 1978, a lactose existe em duas formas, a α e a β . A α -lactose apresenta maior rotação na direção dextrógira. A rotação específica de uma substância é característica de cada substância e é definida como o ângulo em graus produzido pelo comprimento de 10cm de solução contendo 1 g da substância em 100 ml de solução.

A 20 °C uma solução de lactose apresenta uma mutarrotação de $[\alpha]_D^{20} = + 55,3^\circ$ em equilíbrio. Isto equivale a 37,3 % na forma α e 62,7 % na forma β , que somados e em equilíbrio perfazem o ângulo medido. A razão de equilíbrio β/α a 20 °C é de $62,7/37,3 = 1,68$. A relação de equilíbrio entre as formas β/α é afetada apenas pela temperatura. Quanto menor a temperatura, menor a relação β/α , isto é, menor a porcentagem da configuração β . Na Figura II.3 é apresentado o efeito da temperatura na relação α e β -lactose WONG (1988).

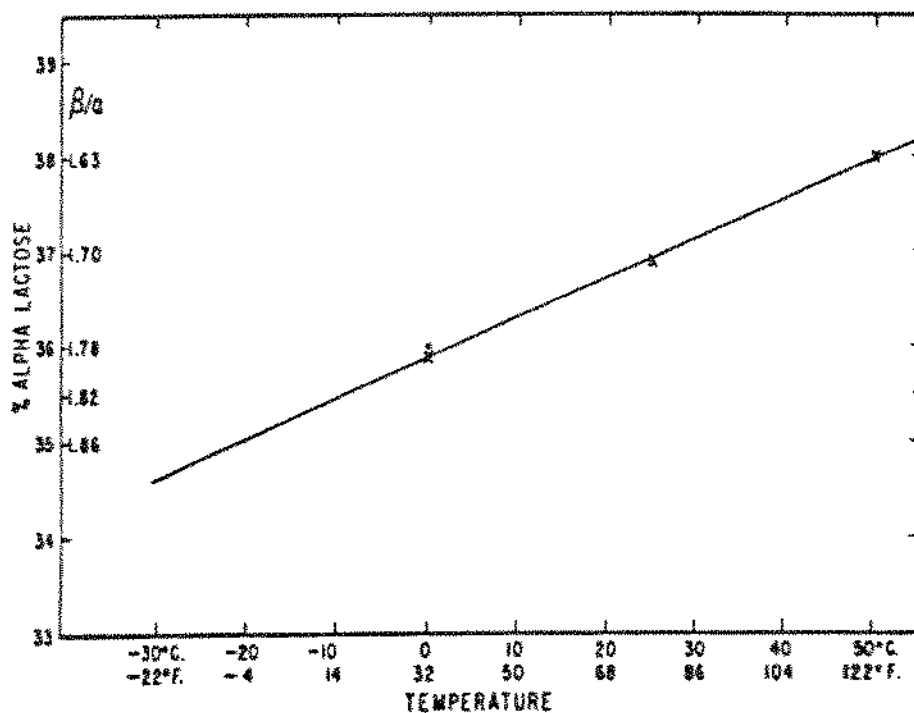


FIGURA II. 3: Efeito da temperatura na relação de equilíbrio $\alpha \leftrightarrow \beta$ (WONG, 1988).

A velocidade de mutarrotação é influenciada pela temperatura e pelo pH. Quanto menor a temperatura menor a velocidade de conversão de α para β . Para pH = 5,0 a velocidade de conversão é mínima, porém em pH alcalino ela aumenta rapidamente. Para pH = 9,0 o equilíbrio é atingido em poucos minutos. O equilíbrio $\alpha \leftrightarrow \beta$ -lactose é praticamente instantâneo a 75 °C. A figura II.4 apresenta a variação da mutarrotação em função do pH.

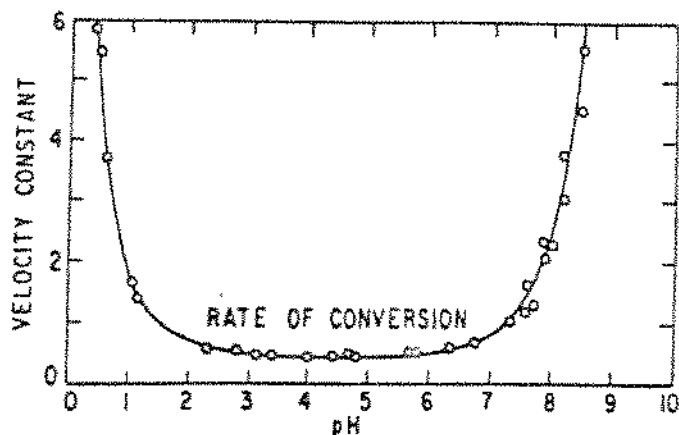


FIGURA II. 4: Efeito do pH na constante de velocidade de mutarrotação (WONG, 1988).

A presença de açúcares ou sais afeta a velocidade de mutarrotação (HAASE e NICKERSON, 1966). Esse efeito é atribuído ao citrato e fosfatos no caso da lactose proveniente de leite.

II.5. SOLUBILIDADE

A solubilidade se manifesta de maneira similar à mutarrotação. A solubilidade da α -lactose segue o esquema abaixo:



Atinge-se a saturação quando a β -lactose saturar.

De acordo com HERRINGTON (conforme citado por WONG, 1988) ao adicionar cálcio, quer seja na forma de cloretos, brometos ou nitratos, ocorrerá o aumento de solubilidade da lactose.

Ao aplicar-se o processo Steffen para a cristalização da lactose, precipita-se 90 % da lactose na forma de complexo solúvel lactose-cálcio. Tal processo é usado na obtenção de sacarose a partir do melaço, onde a sacarose forma um complexo de cálcio-sacarose e separa-se da solução (CERBULIS, 1973).

A adição de álcoois diminui a solubilidade da lactose, provocando a precipitação na forma de cristais. Geralmente emprega-se metanol ou etanol (KYLE & HENDERSON, 1970).

Adicionando-se 65 % de acetona a um soro concentrado com 18 a 20 % de lactose, 85% da lactose cristaliza no período de aproximadamente 3,5 h (KERKKOMEN et alii, 1963).

II.6. CRISTALIZAÇÃO

Em soluções supersaturadas após certo período pode ocorrer a cristalização espontânea. Ostwald em 1897 introduziu o conceito de supersaturação, esta divide-se em duas zonas: a metaestável e a instável. A metaestável, ocorre quando se resfria uma solução saturada ou se evapora uma solução saturada sem que ocorra cristalização. A instável é a zona onde os altos níveis de saturação produzem as cristalizações.

Conforme a Figura II.5, observam-se as regiões de supersolubilidade dos cristais de lactose. Na realidade os diagramas são mais complexos do que o apresentado (WONG, 1988).

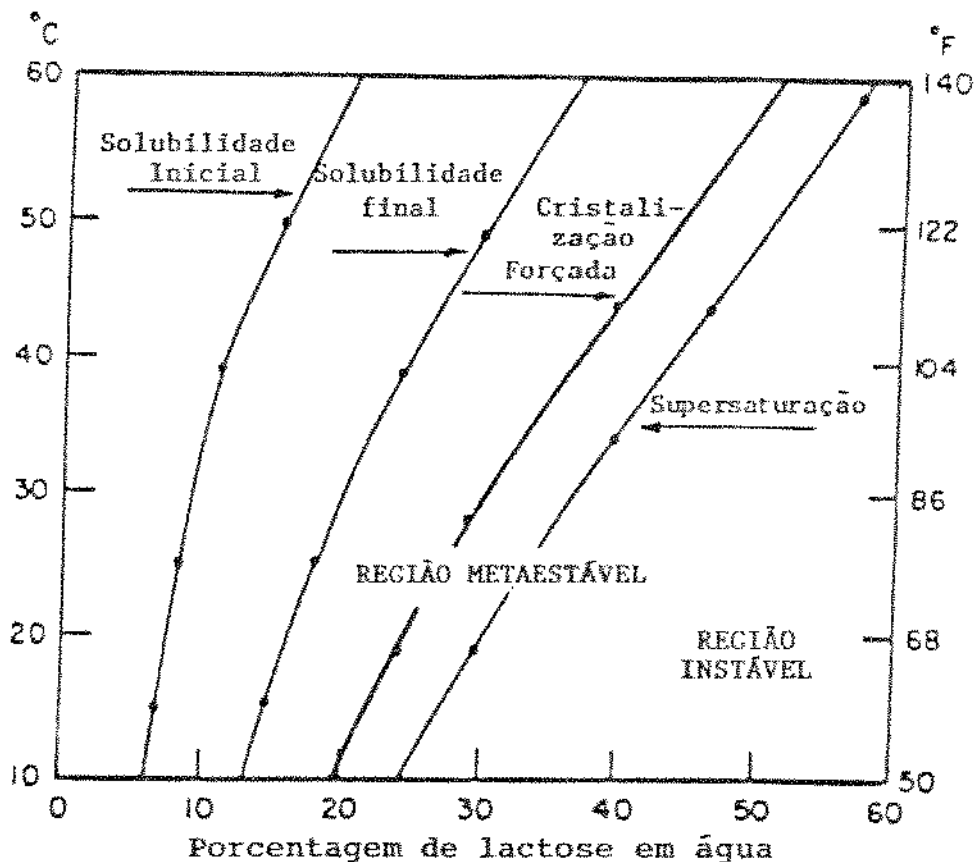


FIGURA II. 5: Curvas de solubilidade da Lactose (WONG, 1988)

A cristalização se dá em geral em duas etapas:

1) **Nucleação**: envolve a ativação de pequenas partículas instáveis a fim de formar uma nova fase, isto se dá através de choques moleculares. O tamanho mínimo crítico de um núcleo para que forme um cristal é de 100 Å, o que equivale a aproximadamente 100 moléculas. Com o aumento da concentração a probabilidade de formar núcleos torna-se máxima. O inverso faz com que a probabilidade se torne rapidamente zero (VAN HOOK, 1961).

2) **Crescimento**: o núcleo cresce até atingir o tamanho macro que é o cristal propriamente dito.

Os conceitos intrínsecos relativos às regiões insaturada, metaestável e supersaturada são:

- não existe nucleação ou crescimento na região insaturada;
- o crescimento do cristal pode se dar tanto na região metaestável como na região instável;
- a nucleação pode se dar na região metaestável somente quando ocorre sementeira, isto é, adição de cristais que servirão como núcleos;
- a cristalização (nucleação) espontânea pode ocorrer na zona instável sem sementeira (adição de núcleos).

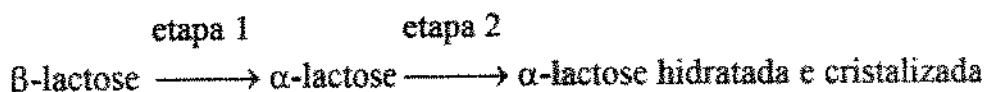
A cristalização depende da viscosidade, agitação, temperatura e da pureza da solução (impurezas). Entretanto a temperatura é o fator mais importante. Ela afeta a cristalização em dois pontos:

1º - A concentração de supersaturação.

2º - A taxa de cristalização propriamente dita, a taxa de difusão, a taxa de mutarotação e a taxa de orientação molecular (HAASE & NICKERSON, 1966).

A supersaturação diminui com o aumento da temperatura, porém os outros fatores aumentam com o aumento de temperatura, podendo eventualmente cancelar-se, não afetando a cristalização.

No caso da lactose, o processo pode ser resumido por:



A etapa 1 é mais lenta e depende da velocidade e do equilíbrio da mutarrotação.

A etapa 2 é a cristalização de fato.

A Figura II.6 apresenta o efeito do pH na solubilidade e na precipitação dos cristais de lactose.

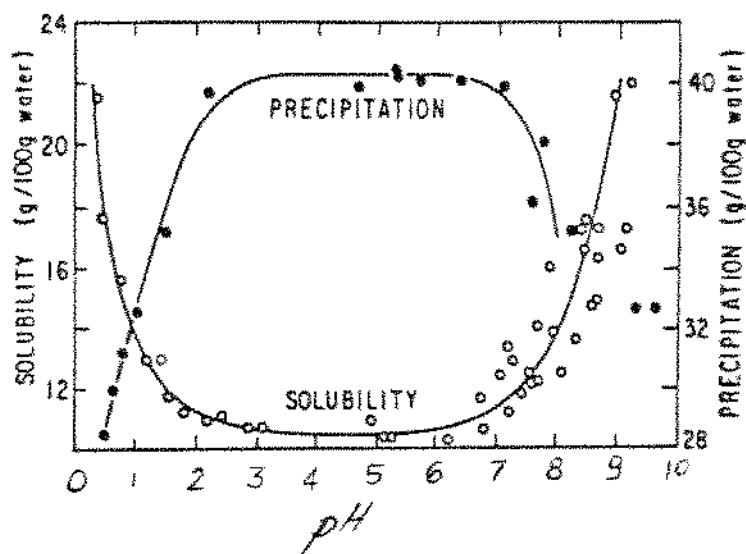


FIGURA II. 6: Efeito do pH sobre a solubilidade e cristalização dos cristais de lactose (WONG, 1988).

Ao se agitar vigorosamente a solução durante o tempo de espera, a velocidade de cristalização aumenta e a viscosidade diminui em soluções de alta concentração de lactose em torno de 69 % de sólidos totais. (PALLANSCH, 1973).

De acordo com JENSEN & OXLUND (1988) o teor de lactose cristalizada pode ser aumentado pela sementeira de cristais de lactose com alta pureza finamente divididos, dispersos em metanol ou etanol, na proporção de 2 % em massa do xarope concentrado.

II.7. PRODUÇÃO DE α -LACTOSE

Segundo NICKERSON (1974), existem vários graus de pureza de lactose, alguns deles são apresentados na Tabela II.1.

A produção de α -lactose geralmente limita-se a grandes e poucas indústrias. A matéria-prima é de preferência uma variedade de soro de queijo ou de soro ultrafiltrado (WOYCHIK, 1982).

Segundo VAN DEN BOS (1987) existem dois processos gerais de produção de lactose. O primeiro deles, denominado método antigo, separa o resíduo protéico do soro através de acidificação e desnaturação térmica das proteínas do soro de queijo ou de caseína.

Este processo é chamado método indireto ou método de batelada e está representado na Figura II.7.

O segundo método, chamado método direto possui uma fase de pré-concentração e uma de alta concentração. A separação do resíduo protéico é feita após a cristalização. O processo utilizando o método direto é também apresentado na Figura II.7.

As principais razões que causaram as mudanças do método antigo, utilizado até 1960 devem-se a fatores tecnológicos, econômicos e comerciais.

As razões tecnológicas para a mudança entre o processo descontínuo e o contínuo foram:

- introdução da centrífuga decantadora utilizada na separação de cristais de lactose (\pm 1960);
- introdução dos evaporadores de filme descendente que proporcionam uma alta concentração do soro (\pm 1965);
- o grande crescimento dos volumes de soro a tratar a partir de 1970.

A introdução da ultrafiltração e da osmose reversa tem influenciado ainda mais a abandono do método antigo pelo novo método.

TABELA II. 1: Especificação dos vários graus de lactose comercializada

DETERMINAÇÃO	FERMENTAÇÃO	BRUTA	ALIMENTÍCIA	USP*	USP SPRAY PROCESS**
LACTOSE (%)	98,0	98,4	99,0	99,85	99,4
UMIDADE (%)	0,35	0,3	0,5	0,1	0,5
PROTEÍNA (NT x 6,38) (%)	1,0	0,8	0,1	0,01	0,05
CINZAS (%)	0,45	0,4	0,2	0,03	0,09
LIPÍDEOS (%)	0,2	0,1	0,1	0,001	0,01
ACIDEZ (% ácido láctico)	0,4	0,4	0,06	0,04	0,03
METAIS PESADOS COMO CHUMBO (ppm)	-	-	< 2	< 1	< 2
ROTAÇÃO ESPECÍFICA [α]	-	-	+ 52,4 °	+ 52,4 °	+ 52,4 °
TURBIDEZ (ppm)	-	-	< 5	< 5	< 5
OUTROS AÇUCARES (mg)	-	-	15	5	10
COR (ppm)	-	-	10	5	5
BACTÉRIAS ESTIMADAS PADRÃO DE PLACAS (por gm)	-	-	< 100	< 30	< 30
COLIFORMES EM 10 mg	-	-	ausente	ausente	ausente
ESPOROS EM 10 mg	-	-	ausente	ausente	ausente
FUNGOS EM 10 mg	-	-	ausente	ausente	ausente
LEVEDURAS	-	-	ausente	ausente	ausente

(*) Composição da lactose de acordo com a farmacopéia americana.

(**) Composição da lactose de acordo com a farmacopéia americana, utilizando o processo de secagem por atomização.

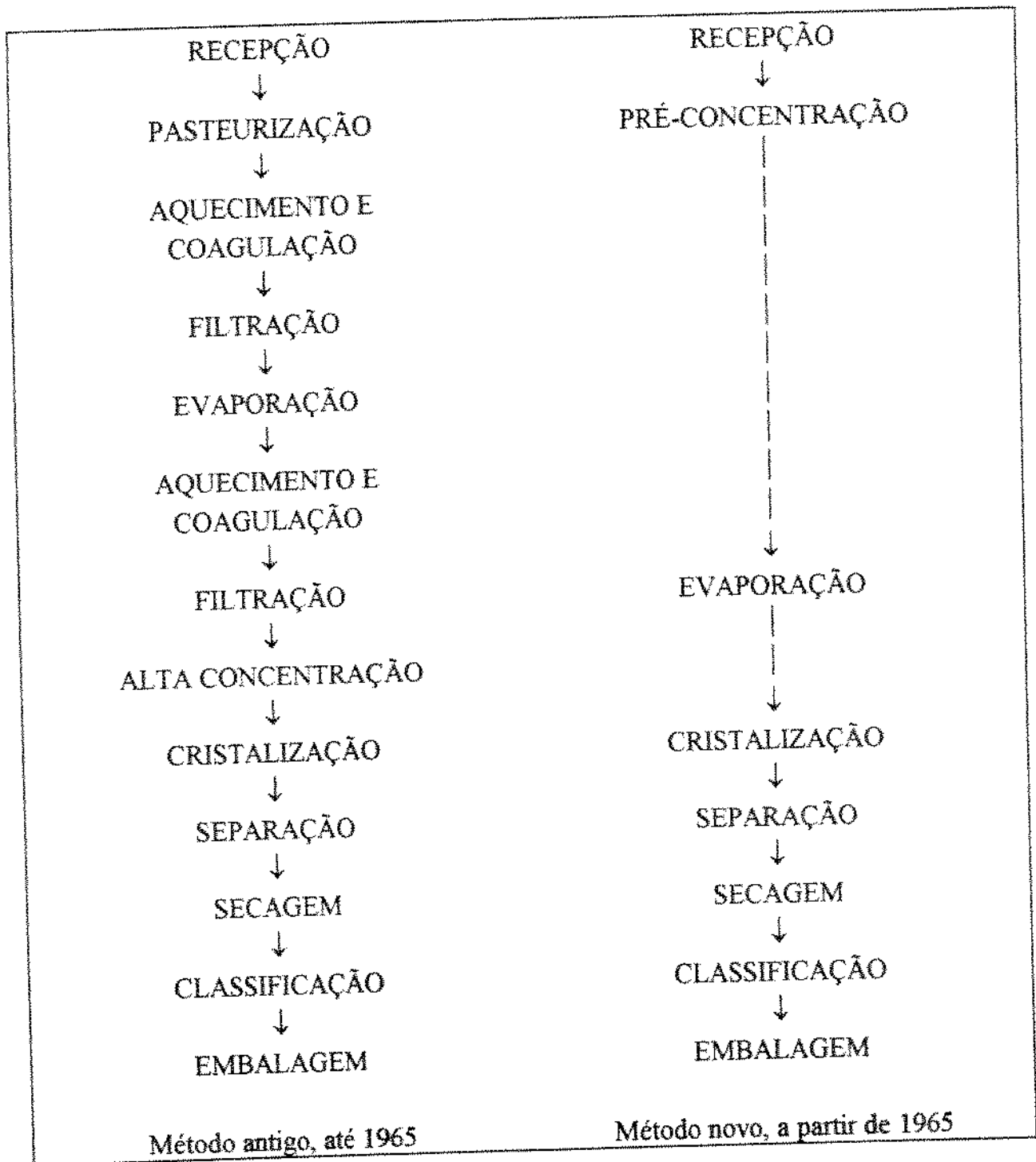


FIGURA II. 7: Processos de obtenção da lactose.

As razões econômicas foram:

Devido ao novo método não utilizar acidificação e desnaturação térmica na separação do resíduo protéico este proporcionou:

- um menor gasto de energia;
- menor número de equipamentos;
- ocupam um menor espaço.

Como consequência tem-se um menor custo de produção.

Finalmente as razões comerciais foram:

- a necessidade de uma lactose com menores teores de minerais e proteína;
- a adoção de padrões bacteriológicos.

Em 1968 ALFA-LAVAL & GENVRAIN desenvolveram o processo CENTRI-WHEY de obtenção de lactose a partir do soro de queijo, conforme citado por VEISSEYRE, 1988.

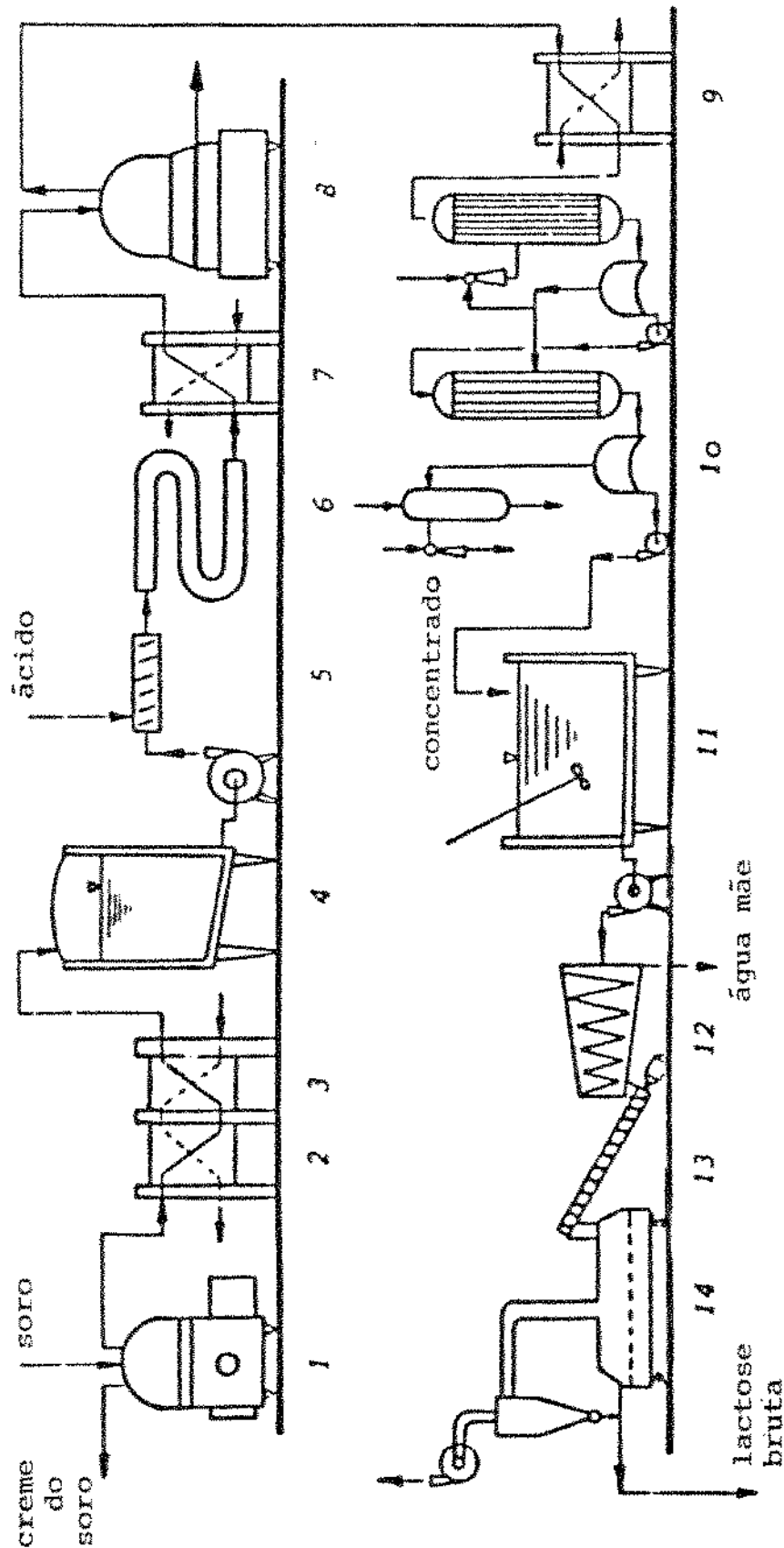
O processo apresentado na Figura II.8 consiste de: uma centrifugação para recuperação dos finos e gordura do soro de queijo (1), aquecimento a 95 °C durante 30 minutos (2), (3) e (4), para a desnaturação térmica das proteínas presentes no soro. Adição de ácido láctico ou clorídrico para ajustar o pH a 4,5 (ponto isoelétrico das proteínas), o qual favorece a precipitação das proteínas. Ao passar no tubo de retenção (6) durante 30 segundos, são separados no trocador de calor por resfriamento (7) e na centrifugação (8).

O soro desproteinado é pré-aquecido (9), concentrado a vácuo até o teor de sólidos de 55 - 65 % (10) e lentamente resfriado até 10 °C. Após 24 horas obtém-se uma massa cristalina bruta.

Após centrifugação (12) obtém-se uma massa bruta de lactose com teor de umidade de 8 a 12 %. A secagem não deve ultrapassar 50 a 60 °C, até atingir-se 1 % de umidade.

A lactose obtida contém além da água, aproximadamente 2 % de proteína, 2 % de ácido lático e 2 % de cinzas.

Com o desenvolvimento dos processos de separação por membranas, a separação da fase lipoprotéica do soro de queijo ou do leite é facilmente obtida com um mínimo de desnaturação das proteínas.



1. centrífuga para separação de gordura.
2. Pré-aquecedor.
3. Aquecedor.
4. Tanque de retenção.
5. Misturador tubular.
6. Tubo de retenção.
7. Resfriador.
8. Centrífuga Auto-limpante.
9. Pré-aquecedor.
10. Evaporador a vácuo.
11. Cristalizador.
12. Centrífuga de decantação.
13. Transportador helicoidal.
14. Secagem por ar quente.

FIGURA II. 8: Processo "Centri-Whey" para precipitação de proteína e obtenção de lactose.

A osmose é um fenômeno natural no qual um solvente passa através de uma membrana, da solução de menor concentração para a solução de maior concentração de soluto, até que se estabeleça o equilíbrio. No equilíbrio, a diferença de pressão entre essas duas soluções é a pressão osmótica. Para reverter o fluxo de solvente é necessária a aplicação de uma pressão maior que a pressão osmótica. Como resultado a separação de solventes de soluções torna-se possível. Este fenômeno é denominado de osmose reversa e também é conhecido por hiperfiltração. A Figura II.9 apresenta o fluxo osmótico (a), o equilíbrio osmótico (b) e a osmose reversa (c).

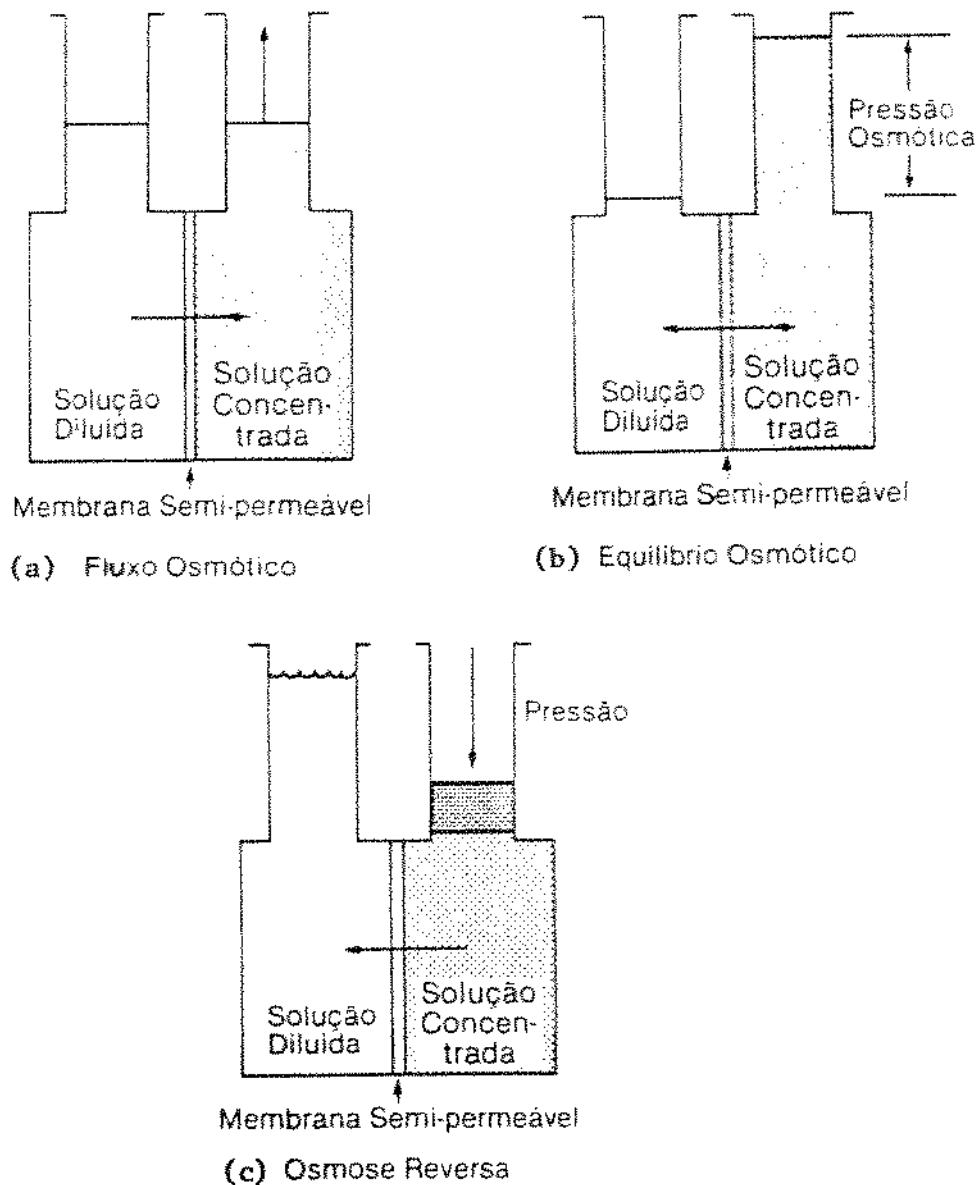


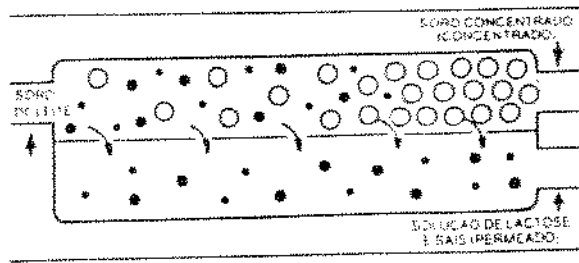
FIGURA II. 9: Representação esquemática do fluxo osmótico (a), equilíbrio osmótico (b) e osmose reversa (c).

Os processos de separação por membrana são representados principalmente pela osmose reversa (OR), ultrafiltração (UF), micro-filtração (MF), diálise (D), eletrodialise (ED) e pervaporação (PV). Dentre esses processos, a osmose reversa, a ultrafiltração e microfiltração são os de maior aplicação no processamento de alimentos líquidos.

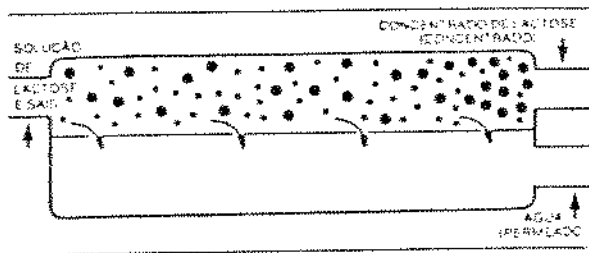
A separação por membranas, consiste de uma filtração tangencial onde a corrente a ser filtrada ou separada passa paralelamente ao elemento filtrante (membrana). A corrente de alimentação é dividida em duas correntes de saída: a que passa através da membrana, denominada permeado e a corrente concentrada remanescente denominada concentrado ou "retentado". Os processos de separação de denominação ultrafiltração, hiperfiltração e osmose inversa são todos baseados em processos similares, porém as condições de operação e o tipo de membrana são diferentes. Na ultrafiltração as pressões de trabalho variam de 1 a 7 atmosferas e retém partículas de tamanho superior a 20 Å (proteínas / polissacarídeos). A osmose inversa atua como barreira a todos os sais dissolvidos e moléculas inorgânicas, bem como moléculas orgânicas com peso molecular superior a 50. A pressão de trabalho varia de 7 a 60 atmosferas. A hiperfiltração é um intermediário entre os dois processos anteriores (SEPARATION MEMBRANES, 1983).

As membranas utilizadas na ultrafiltração e osmose reversa sofreram avanços quanto à durabilidade e condições de trabalho. Na década de 60 as membranas eram fabricadas em acetato de celulose, também chamadas de membranas de 1ª geração, e apresentavam como principais desvantagens: hidrólise proveniente de ação de ácidos e álcoois, biodegradação, baixas taxas de rejeição de sais, problemas de compactação, baixo fluxo de permeado e pequena tolerância à faixa de pH de operação e de temperatura. As membranas de 2ª geração da década de 70, são constituídas a base de polímeros sintéticos como poliamidas, poliácridonitrilas, polissulfonas, policarbonatos, dentre outros. A resistência quanto ao pH e temperatura foi melhorada em relação às membranas de primeira geração. Já as membranas de 3ª geração também chamadas de membranas minerais possuem resistência química e física muito superiores às membranas a base de polímeros sintéticos, geralmente com suportes de grafite, alumina, aço inox sinterizado e camadas porosas como de óxido de zircônio ou alumina (MALDONADO, 1991).

A representação esquemática da separação e concentração da lactose por ultrafiltração (UF) e osmose reversa (OR) é apresentada na Figura II.10.



ULTRAFILTRAÇÃO



OSMOSE REVERSA

FIGURA II. 10: Separação e concentração da lactose por ultrafiltração do soro de queijo e osmose reversa do permeado de soro de queijo.

A Figura II. 11 apresenta um fluxograma de obtenção da lactose a partir do soro ou leite ultrafiltrado. Observa-se neste fluxograma que após a ultrafiltração do soro ou leite, o permeado é resfriado a aproximadamente 4 °C e armazenado. O resfriamento e armazenamento a frio são necessários, uma vez que o produto é altamente perecível. O armazenamento não deve ultrapassar 24 horas. A adição de peróxido de hidrogênio ou sulfito ácido de magnésio aumentam a eficiência da estocagem, evitando o consumo de lactose por microrganismos contaminantes.

O permeado originado da ultrafiltração passa a alimentar uma unidade de osmose reversa que irá concentrar a lactose até cerca de 15 %.

A concentração do permeado de soro ou leite por ultrafiltração em membranas de osmose reversa resulta em concentrados com altos teores de sais minerais. O alto teor de sais minerais pode causar problemas na cristalização ou mesmo na concentração. Para diminuir esses problemas pode-se utilizar a adição de polifosfatos que complexam o cálcio evitando a formação de sais.

Alternativamente alguns processos adotam uma filtração, em filtro prensa, para a retenção dos sais de cálcio que precipitam em função do aumento da concentração.

Após a pré-concentração do permeado de soro ou leite através das membranas de osmose reversa, o concentrado é evaporado em evaporadores de múltiplos efeitos, a vácuo. Tendo atingido de 50 a 60 % de sólidos totais procede-se, como nos outros casos: cristalização, separação, redissolução e adição de descorantes e complexantes, recristalização, separação e secagem para a obtenção da lactose refinada.

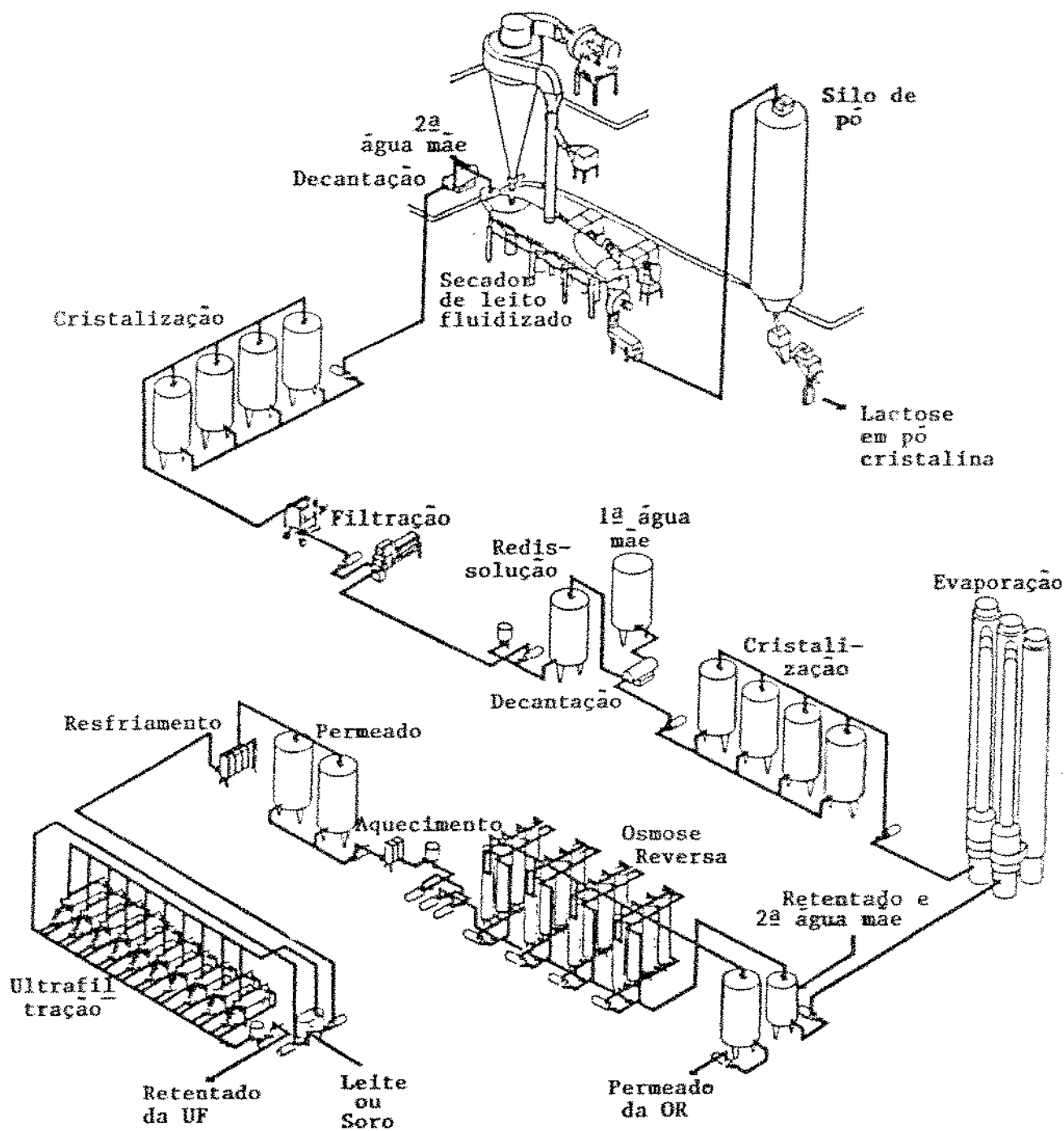


FIGURA II. 11: Obtenção da lactose a partir do leite ou soro.

Uma variação do processo de obtenção de lactose a partir do permeado de soro ou leite é o processo da DDS ("Danish Sugar Corporation") de autoria de NICOLAISEN (citado por NICKERSON , 1979), cujo fluxograma é apresentado na Figura II. 12.

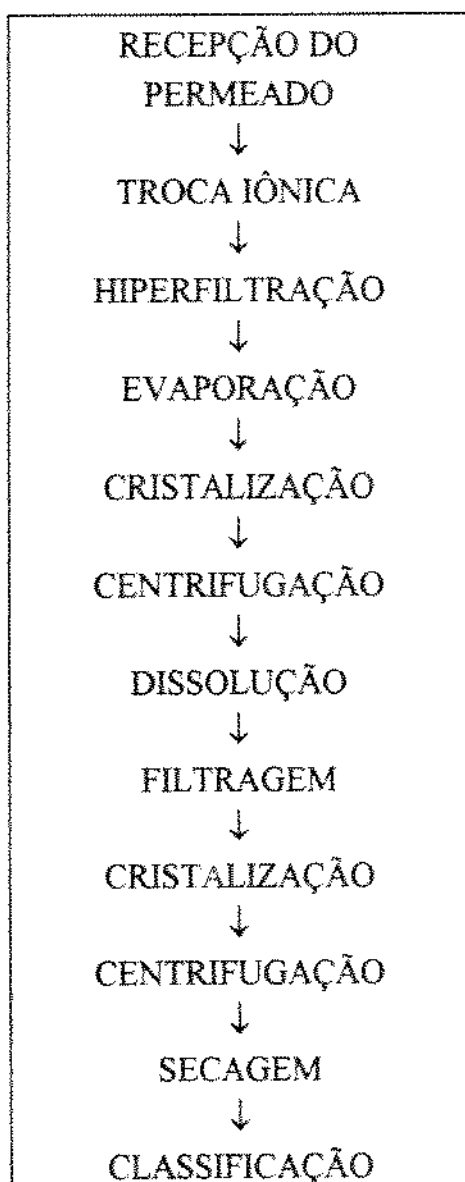


FIGURA II. 12: Fluxograma do processo DDS para obtenção de lactose.

De acordo com NICOLAISEN (citado por NICKERSON, 1979), partindo-se de 100 kg de permeado de soro de queijo com 5,0 % de sólidos totais e 4,2 % de lactose obtém-se no final do processo 3,2 kg de α -lactose hidratada.

Segundo WOYCHIK, J.W. (1982), a cristalização, etapa crítica do processo, possui três rotinas básicas:

1. Concentração de soro de 50 a 70 % de sólidos totais por evaporação.

2. Início da cristalização, espontaneamente ou por semeadura, isto é, adição de uma pequena quantidade de cristais.

3. Separação dos cristais por centrifugação. A pureza dos cristais depende da retirada das impurezas, como proteínas e sais minerais da solução com lactose.

Durante a centrifugação, os cristais são jateados com água limpa, para remover o liquor ou xarope aderidos. Esses cristais podem ser redissolvidos para nova cristalização ou sofrer secagem obtendo-se lactose bruta. Para obter maiores graus de pureza, é necessário a redissolução em água, tratamento de descoloração da solução, filtração, concentração e recristalização. Utilizando-se soluções e soro ultrafiltrado pode-se obter lactose bruta com teores maiores que 99,0 % . Isto se deve à ausência de proteínas nos permeados, o que traz a vantagem da diminuição da viscosidade e a diminuição do tempo de cristalização (BRINKMAN, 1976).

No procedimento de refino da lactose bruta de acordo com GENIN, G. (citado por VEISSEYRE, 1988) a lactose bruta é dissolvida em água até a concentração de 30 %. São adicionados ao xarope 0,25 % de auxiliar de filtração (terra de diatomáceas) e 0,25 % de pasta descorante, em relação à massa de lactose no xarope. A pasta descorante é composta por 3/4 de carvão ativo (75 % carvão ativo animal - negro de ossos - e 25 % carvão ativo vegetal) e 1/4 de ácido clorídrico a 36%. Após a adição da pasta descorante, aquece-se até a ebulição. Adiciona-se ácido clorídrico concentrado, até atingir 0,09 % de acidez (em relação ao ácido láctico). A mistura deve ficar em repouso durante 12 horas aproximadamente. Terminada a fase de repouso aquece-se novamente e adiciona-se hidróxido de cálcio suficientes para reduzir a acidez a 0,05 %; mantém-se sob ebulição durante alguns minutos; deixa-se em repouso para que se depositem as impurezas e filtra-se o xarope, inicialmente em filtro prensa e depois em filtro de celulose. O filtrado límpido e incolor é acidificado ligeiramente com ácido clorídrico e concentrado em evaporador até aproximadamente 70 % de sólidos totais. Cristaliza-se a lactose por resfriamento, centrifuga-se e lavam-se os cristais. Os cristais são secos em tambor rotativo com ar aquecido a 150 °C. A lactose seca é moída, classificada e embalada. O rendimento do refino da lactose bruta é de 90 %, porém com a reintrodução das águas mães e águas de lavagem o rendimento aproxima-se a 100 %.

De acordo com WILSON (citado por NICKERSON, 1970) deve-se adicionar 1% de pasta descorante e 0,25% de auxiliar de filtração em relação à massa de lactose. A pasta descorante é composta por 3 partes de negro de ossos, 1 parte de carvão ativo vegetal e 1 parte de ácido clorídrico 36%. O procedimento de descoloração é similar ao anterior.

Uma variação do processo de refino da lactose consiste em dissolver a lactose (seca ou diretamente do separador) em água quente até a concentração de 50 a 60 %, tomando a precaução de não ultrapassar a temperatura de 105 °C. Após a adição de carvão ativo e produtos químicos, filtra-se a quente e a cristalização ocorre resfriando-se a solução até 20 °C em aproximadamente 6 horas. Para diminuir o tempo de cristalização pode-se semear com cristais de lactose pura (BRINKMAN, 1976).

É possível o uso de resinas trocadoras de íons na purificação mineral das soluções de lactose. Modernamente utiliza-se eletrodialise na desmineralização das soluções. Devido ao custo operacional das resinas ser maior, utiliza-se eletrodialise para retirar até 50 % dos sais minerais em solução, e entre 50 e 95 % dos minerais retira-se por resinas trocadoras de íons (PARRISH et alii, 1979).

III. MATERIAIS E MÉTODOS

III. 1. MATERIAL

III. 1. 1. Equipamentos e Aparelhos

- Unidade Piloto de Ultrafiltração CARBOSEP, contendo dois cartuchos de ultrafiltração do tipo capilar, com peso molecular de corte de 20.000 D, fabricante TECH-SEP.

- Unidade Piloto de Ultrafiltração ALFA-LAVAL UFS-1, contendo 1 cartucho de ultrafiltração de fibras capilares tipo HF 26, S-43, PM 10.

- Tanque pasteurizador INADAL, modelo MIX-COMPLET 100, com capacidade para 100 litros e dotado de agitador, torneira e sistema de aquecimento e resfriamento programáveis.

- Evaporador rotativo TECNAL TE 130.

- Sistema de evaporação simples a vácuo com agitação tipo âncora de raspagem "BOLLA", fabricante Vettori-Mangui & C, Parma-Itália, contando com torre de condensação barométrica, duas bombas de vácuo de anel líquido. Capacidade nominal 250 litros e volume aquecido pela camisa de vapor 120 litros.

- Fermentador BIOLAFITE modelo F2 com capacidade nominal de 2,0 litros.

- Mufla QUIMIS, modelo Q.318.24.

- Estufa de Secagem e Aquecimento FANEM, modelo 312.SE.

- Estufa a vácuo FANEM, modelo 099 EV.

- Bomba a vácuo Officini Galileo, modelo V2Ag N° 3341.

- pHmetro MICRONAL, modelo B375.

- Balança MICRONAL, modelo B360.

- Balanças METTLER, modelos P 1200 e B 204.

- Sistema de Destilação Kjeldahl TECNAL, modelo E 036 E.

- Bloco digestor SARGE Aparelhos Científicos Ltda., modelo 40-25.

- Banho-maria FANEM, modelo 147.

- Banho Termostático com Refrigeração QUIMIS, modelo 214.D2.

- Microscópio PZO Warszawa, modelo ML2.

- Geladeira Brastemp FROST FREE, modelo BRS42F10.

- Congelador Horizontal METALFRIO, modelo CD 330.

- Câmara Fria Vertical de 4 portas, marca SECURATO.

III. 1. 2. Outros Materiais

- Reagentes, meio de cultura.
- Vidrarias de laboratório.
- Vasilhames plásticos para alimentos de 2,0; 5,0; 10,0; 20,0 e 50,0 litros.

III. 2. MÉTODOS

III. 2. 1. Soro de queijo

O processamento utilizado nos dois primeiros ensaios esta apresentado na Figura III.1:

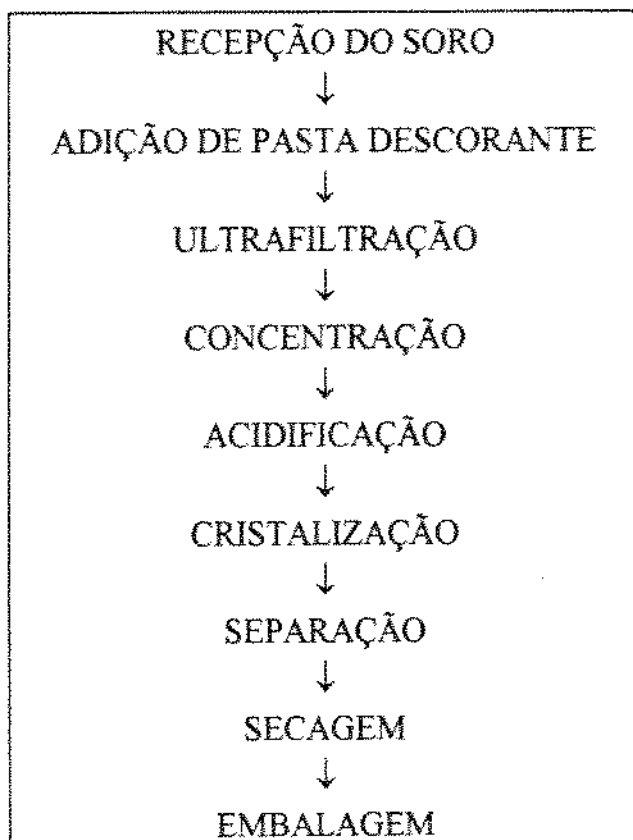


FIGURA III.1: Fluxograma de Processo a partir do soro de queijo

III. 2. 1. 1. Fabricação de queijo

Partiu-se de 100 L de leite cru, o qual foi pasteurizado a 63 °C durante 30 minutos. Resfriou-se a 40 °C, pesou-se a massa de leite pasteurizado e depositou-se em uma cuba com controle de temperatura (tanque de coagulação). Ajustou-se a temperatura em 35 °C e adicionou-se cloreto de cálcio a 50% em massa na proporção de 0,02 % da massa do leite, agitou-se e adicionou-se a cultura láctica na proporção de 0,5 % da massa de leite. Após aproximadamente 30 minutos, quando o pH aumentou de 0,1 a 0,3 (1° Dornic), foi adicionado o coalho. Homogenizou-se o leite e deixou-se em repouso até que o coágulo atingiu o ponto de corte.

A massa foi cortada em cubos de 1 a 1,5 cm de aresta, alternando-se agitação cuidadosa de 1 minuto com repouso de 3 a 5 minutos. A dessora levou em torno de 50 minutos. Ao atingir o ponto de massa, a mesma foi deixada decantar durante 5 a 10 minutos, o soro foi retirado, a massa foi ligeiramente prensada e depois enformada em formas de 1 kg. As viragens efetuaram-se em períodos de 30 a 50 minutos. Após algumas viragens salgou-se a seco espalhando-se uma fina camada de sal na superfície dos queijos dentro das formas sem as tampas, após 24 horas retirou-se da forma e salgou-se as outras superfícies. O soro separado foi imediatamente utilizado.

III. 2. 1. 2. Descoloração do soro

Ao soro de queijo foram adicionados 0,25 % de pasta descorante, em relação a massa de lactose, após a pesagem do mesmo. A pasta descorante é composta por 3/4 de carvão ativo (75% carvão ativo animal-negro de ossos e 25 % carvão ativo vegetal) e 1/4 de ácido clorídrico a 36 % .

Após a adição da pasta descorante, aqueceu-se até a ebulição. Adicionou-se ácido clorídrico concentrado, até atingir-se 0,09 % de acidez (em relação ao ácido láctico). A mistura permaneceu em repouso durante 12 horas aproximadamente.

Aqueceu-se novamente e adicionou-se hidróxido de sódio suficiente para reduzir a acidez a 0,05 %. Manteve-se sob ebulição durante alguns minutos. Deixou-se em repouso para que se depositassem as impurezas e ultrafiltrou-se o xarope.

III. 2. 1. 3. Ultrafiltração do soro

O soro foi ultrafiltrado na unidade de ultrafiltração ALFA-LAVAL UFS-1, com cartucho de abertura PM 10 (peso molecular de corte de 10 000 Daltons), a uma temperatura de 55,0 °C ,com uma pressão de entrada de 1,7 kg/cm² e uma pressão de saída de 0,7 kg/cm². O concentrado foi descartado.

III. 2. 1. 4. Concentração

O permeado foi concentrado em evaporador a pressão reduzida até atingir aproximadamente 70 % de sólidos totais, sempre a temperaturas inferiores a 93,5 °C. Ajustou-se o pH com solução de ácido clorídrico ou hidróxido de sódio, visando atingir o equilíbrio $\alpha \leftrightarrow \beta$ -lactose o mais rapidamente possível (pH = 5,0).

III. 2. 1. 5. Cristalização

A cristalização foi efetuada em vaso com agitação de 280 rpm e resfriamento controlado (fermentador BIOLAFITE F2). Após a formação dos cristais, separou-se por centrifugação obtendo-se cristais de lactose. Os cristais foram secos em estufa a vácuo a 70°C e armazenados em embalagem hermética.

III. 2. 2. Permeado de soro

A partir dos resultados obtidos, alterou-se o processo deslocando a etapa de descoloração ao término da ultrafiltração. A eliminação do resíduo lipoproteico do soro, a adsorção dos compostos coloridos e diminuição dos sais minerais facilita a descoloração do soro, já que todos esses compostos interferem na formação dos cristais de lactose.

A nova etapa do estudo foi a verificação da eficiência ou não da etapa de descoloração, onde variou-se os teores de carvão ativo de origem vegetal e animal.

Todas as etapas do processo a partir do permeado do soro são similares ao processo a partir do soro de queijo.

O processo testado é apresentado na Figura III.2:

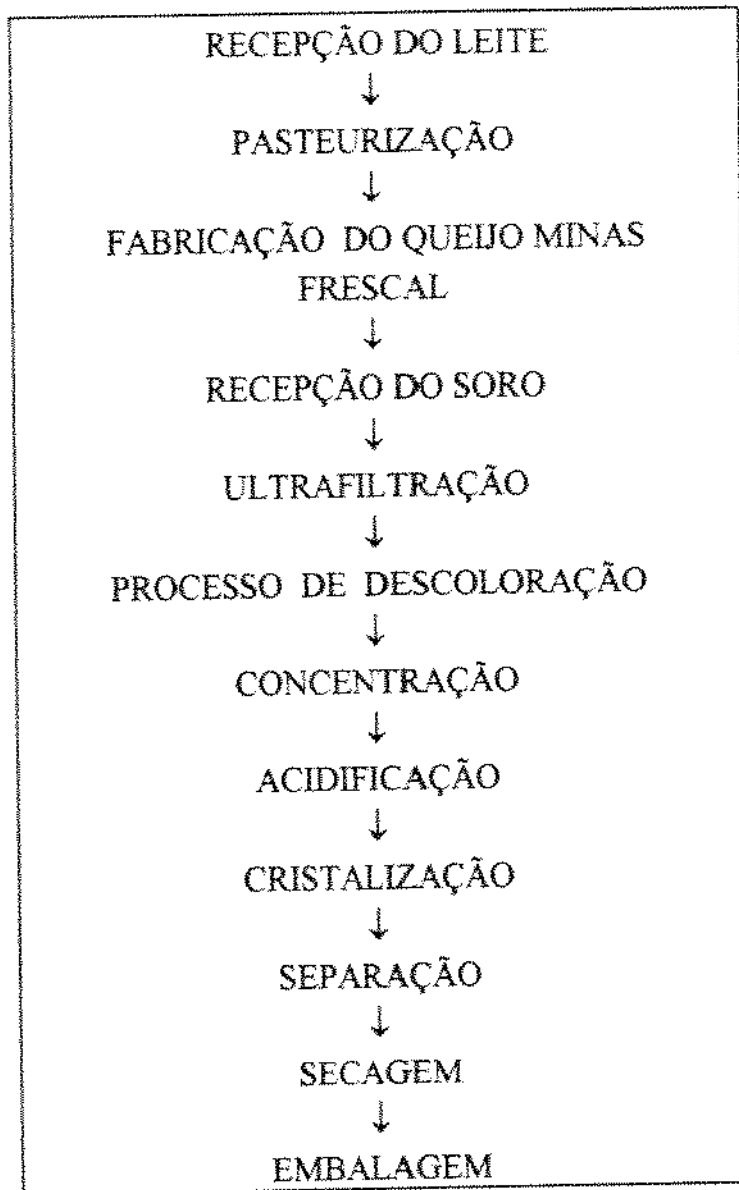


FIGURA III. 2: Fluxograma de Processo a partir do permeado de soro.

III. 2. 3. Permeado de Leite

O permeado de leite possui menor número de interferentes e permite a obtenção de cristais mais puros.

O processo a partir do permeado de leite para obtenção de lactose possui variações. A primeira delas refere-se à adoção ou não da etapa de descoloração e a segunda à adoção de lavagem dos cristais brutos obtidos.

O processo a partir de permeado de leite é apresentado na Figura III.3:

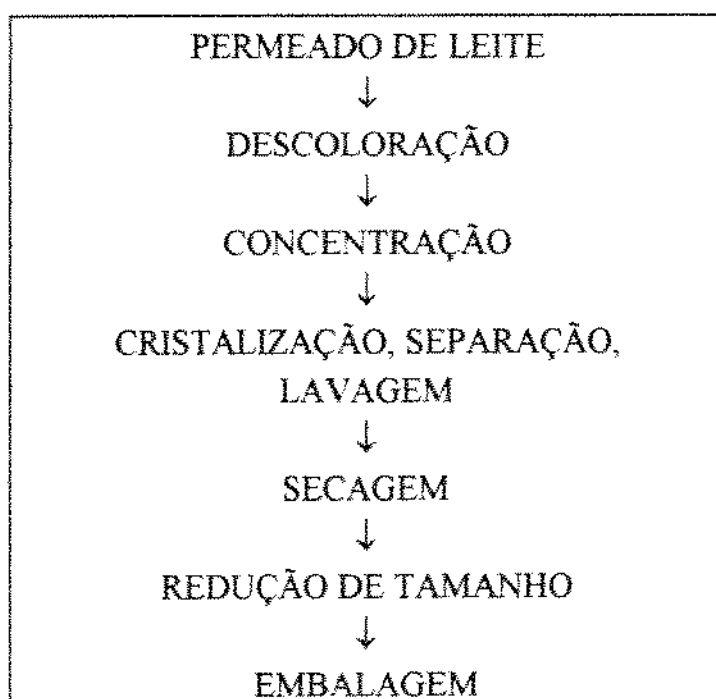


FIGURA III.3: Fluxograma do processo a partir do permeado de leite.

III. 2. 3. 1. Pasteurização do leite

Leite cru da usina SHEFFA, em Santo Antônio das Poses, a aproximadamente 100 km de distância, foi pasteurizado a 72 - 75 °C durante 16 segundos e posteriormente resfriado até 4,0 °C, foi então transferido em bombonas de 50 litros e transportado até a Faculdade de Engenharia de Alimentos - UNICAMP.

III. 2. 3. 2. Ultrafiltração do leite

O leite foi pesado para controle de rendimento de concentrado e colocado em pausterizador de batelada, com capacidade de 100 litros, para ser aquecido a 55 °C. A cada batelada aquecida o leite foi acondicionado em tanque de aço inoxidável com tampa e isolamento térmica que alimenta a unidade de ultrafiltração de 3ª geração (CARBOSEP) do Laboratório de Tecnologia de Leite.

Quando todo o volume do leite se encontrou aquecido, iniciou-se o processo de ultrafiltração e após aproximadamente 10 minutos ocorreu um fluxo contínuo de permeado. A cor do permeado geralmente era incolor, porém algumas vezes, devido às membranas encontrarem-se saturadas, sua cor era amarela.

O permeado obtido foi armazenado em bombonas de polietileno com capacidade de 50 litros, e estas foram resfriadas a aproximadamente 10,0 °C em tanque de água com gelo para transporte final para a Faculdade de Engenharia Mauá em São Caetano do Sul.

O permeado transportado foi parte armazenado em congelador horizontal e congelado para posterior processamento e parte armazenado em câmara fria para processamento no dia seguinte.

III. 2. 3. 3. Concentração do Permeado de Leite e Cristalização da Lactose do permeado de leite

O permeado resfriado foi concentrado em evaporador simples a vácuo com agitação de 25 rpm com agitador tipo âncora (BOLLA) com pressão de vapor manométrica de 1,0 Kgf/cm² e pressão de vácuo de 620 mmHg. O permeado foi concentrado até a supersaturação para posterior descarga e cristalização. Em alguns processamentos optou-se pela sementeira de cristais de lactose P.A. MERCK dispersos em álcool etílico para facilitar a cristalização.

O xarope de lactose obtido foi depositado em baldes de 20 litros, porém devido à supersaturação e ligeira queda de temperatura, a massa de xarope logo se transformou em cristais de lactose.

A massa de cristais de lactose foi armazenada em congelador para evitar qualquer possível deterioração por algum microrganismo contaminante.

III. 2. 3. 4. Lavagem dos Cristais de Lactose

Utilizando um meio filtrante de pequena abertura (dessorador de queijo), a lactose foi lavada com água destilada resfriada a 5,0 °C, borrifada com pisseta.

III. 2. 3. 5. Secagem

A lactose lavada e úmida foi seca em estufa a vácuo de 700 mmHg (manométrica) e à temperatura máxima de 70 °C.

A lactose seca obtida foi moída em almofariz e armazenada em frasco de vidro para as determinações finais de pureza.

III. 3. DETERMINAÇÕES FÍSICO-QUÍMICAS

A metodologia de controle do processamento foi a seguinte:

III. 3. 1. Índice de refração(R)

Através de um refratômetro de Abbé é feita a medição do índice de refração a 20 °C. Para estimar a concentração de lactose na solução, consulta-se a tabela da concentração de lactose hidratada em água de ZERBAN, F. W. e MARTIN, J.,1949.

III. 3. 2. Nitrogênio Total (NT)

Utilizou-se o método Kjeldahl como descrito na seção 16.036 da A.O.A.C. (1984).

III. 3. 3. Proteína Total (P)

Utilizou-se o método Kjeldahl como descrito na seção 16.036 da A.O.A.C. (1984), o fator utilizado foi 6,38.

III. 3. 4. Teor de lactose (Método de Fehling modificado) (L)

Soluções de Fehling A e B conforme o método 15.1.8.1 das NORMAS ANALÍTICAS do INSTITUTO ADOLFO LUTZ (1985).

Padrão: após deixar a amostra de lactose em estufa a vácuo a 70,0 °C durante pelo menos 2,0 horas, pesar 1,0000 g de lactose, colocando em balão volumétrico de 250 ml. Agitar e dissolver totalmente. Em um erlenmayer de 250 ml com pérolas de vidro, adicionar com pipeta volumétrica 10,0 ml de solução de Fehling de A e de B, além de 40,0 ml de água destilada.

Prévia: devido à reação de Fehling não ser estequiométrica, é necessário o máximo de padronização nas condições da determinação, de maneira a garantir a reprodutibilidade dos dados por outros pesquisadores. Titula-se a quente (sob ebulição) com 0,5 ml de solução de lactose a cada 10 segundos. Devido à reação não ser

instantânea, titula-se até a mudança de cor azul para incolor, com um resíduo vermelho tijolo, no fundo do erlenmeyer. Adiciona-se de 2 a 4 gotas de azul de metileno e torna-se a titular com a adição de 2 gotas de solução de lactose a cada 10 segundos, sempre com aquecimento.

Titulação: Tendo o volume da titulação prévia, prepara-se em outro erlenmeyer de 250 ml com 10 ml de solução de Fehling e 1,0 g de pérolas de vidro. Adiciona-se o volume titulado da prévia menos 1,0 ml. Aguarda-se entrar em ebulição, adiciona-se 2 gotas de azul de metileno e titula-se com 2 gotas de solução de lactose a cada 10 segundos. Titula-se até a mudança de cor azul para incolor, com um resíduo vermelho tijolo no fundo do erlenmeyer.

Quando a amostra for leite ou derivado de leite, contendo elevados teores de nitrogênio é necessário a adição de um volume igual ao da amostra de solução de ácido wolfrâmico para precipitar os interferentes nitrogenados. Após filtrar e recolher em balão volumétrico, eleva-se o volume com água destilada e procede-se com a titulação. Ao expressar o resultado deve-se levar em consideração as diluições.

Solução de ácido wolfrâmico: Para 1 l de solução pesa-se 14 g de tungstato de sódio, 0,2 ml de ácido o-fosfórico e 140 ml de ácido sulfúrico 1 N.

Cálculos:

Cálculo do Fator de Correção (fc)

$$fc = \frac{V \text{ titulação padrão (ml)} \times m \text{ padrão (g)}}{V \text{ balão (ml)}}$$

Cálculo da Concentração de lactose (g/l)

$$C \text{ lactose (g/l)} = \frac{f c \times D \times 1000}{V \text{ titulado (ml)}}$$

D = fator de diluição

Cálculo da Porcentagem de Lactose (%)

$$\% \text{ Lactose} = \frac{C \text{ lactose (g/l)} \times 100}{\text{Densidade (g/ml)} \times 1000}$$

Cálculo da Pureza da Amostra de Lactose

$$\% \text{ Pureza} = \frac{C \text{ lactose (g/l)} \times V \text{ balão (l)} \times 100}{m \text{ amostra (g)}}$$

III. 3. 5. Teor de gordura (Lactobutirômetro de Gerber) (G)

Utilizou-se o método de Gerber, como descrito por ATHERTON & NEWLANDER (1981).

III. 3. 6. Acidez Titulável (A)

Utilizou-se o método de titulação de 10 ml de amostra, em presença do indicador fenolftaleína, com solução Dornic (N/9), como descrito por ATHERTON & NEWLANDER (1981). O resultado expresso em % de ácido láctico.

III. 3. 7. Umidade (U)

Procedimento 4.5.1 com a temperatura reduzida de 70°C para não degradar a lactose, conforme as normas ANALÍTICAS DO INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 3º Ed. 1985, pág. 22.

III. 3. 8. Determinação do pH (pH)

Efetuuou-se medidas de pH em um potenciômetro MICRONAL modelo B375, devidamente calibrado antes das medidas.

III. 3. 9. Teor de Cinzas (C)

Utilizou-se o método de incineração em mufla a 550 °C, como descrito na seção 16.035 da A.O.A.C. (1984).

Na Tabela III.1 encontram-se sumarizadas as determinações efetuadas em cada etapa do ensaio.

TABELA III. 1: Resumo das determinações efetuadas em cada etapa dos ensaios

ETAPAS	DETERMINAÇÕES
RECEPÇÃO DO LEITE	P, L, G, C e pH
RECEPÇÃO DO SORO	R, P, L, G, A, C e pH
ADIÇÃO DE PASTA DESCORANTE	A, C e pH
ULTRAFILTRAÇÃO	R, NT, C e L
CONCENTRAÇÃO	R e L
ACIDIFICAÇÃO	A e pH
SEPARAÇÃO	Cristais: U Água Mãe: A, R e L
SECAGEM (cristais)	U
EMBALAGEM	U, NT, L, G e C

NOMENCLATURA DAS DETERMINAÇÕES

- R. Índice de refração
- NT. Nitrogênio Total (%)
- P. Proteína Total (%)
- L. Teor de lactose (%) ou (% pureza)
- G. Teor de gordura (%)
- A. Acidez Titulável (% ácido láctico)
- U. Umidade (%)
- pH. Determinação do pH
- C. Teor de Cinzas (%)

III. 4. LIMPEZA DAS UNIDADES DE ULTRAFILTRAÇÃO

III. 4. 1. Limpeza da Unidade ALFA-LAVAL UFS-1

III. 4. 1. 1. Limpeza Alcalina

Após cada processamento, iniciou-se o ciclo de limpeza circulando-se uma solução com 10 g/l de hidróxido de sódio à temperatura de 50 °C, durante 15 minutos.

III. 4. 1. 2. Enxague

Após a limpeza alcalina a unidade foi enxaguada com água filtrada a temperatura ambiente (25 °C) até a obtenção de pH neutro na saída do permeado.

III. 4. 1. 3. Limpeza Ácida

Após o enxague, circulou-se uma solução de ácido fosfórico 85% na concentração de 3,50 ml /l na temperatura ambiente durante 15 minutos.

III. 4. 1. 4. Enxague

Após a limpeza ácida, a unidade foi enxaguada com água destilada à temperatura ambiente (25 °C) até a obtenção de pH neutro na saída do permeado.

III. 4. 1. 5. Sanificação

Após o enxague, a unidade de ultrafiltração foi sanificada circulando-se uma solução de hipoclorito de sódio na concentração de 200 ppm durante 15 minutos.

III. 4. 1. 6. Enxague

Circula-se na unidade uma solução de hipoclorito a 20 ppm à temperatura ambiente durante 15 minutos

III. 4. 2. Limpeza da Unidade de Ultrafiltração CARBOSEP

III. 4. 2. 1. Limpeza Alcalina

Após cada processamento, iniciou-se o ciclo de limpeza circulando-se uma solução de hidróxido de sódio na concentração de 1,0 % em massa e temperatura de 80,0 °C, durante 30 minutos.

III. 4. 2. 2. Enxague

Após a limpeza alcalina, a unidade de ultrafiltração foi enxaguada com água desmineralizada à temperatura ambiente até a neutralização do pH na corrente de permeado.

III. 4. 2. 3. Limpeza Ácida

Terminado o enxague, iniciou-se a limpeza ácida circulando-se uma solução 0,9 % de ácido nítrico à temperatura de 50,0 °C, durante 30 minutos.

III. 4. 2. 4. Enxague

Após a limpeza ácida, a unidade foi enxaguada com água desmineralizada a temperatura ambiente até a obtenção de pH neutro na corrente de permeado.

III. 4. 2. 5. Sanificação

Após o enxague, a unidade foi sanificada circulando-se solução de hipoclorito de sódio com 200 ppm de concentração e temperatura ambiente.

III. 4. 2. 6. Enxague

Após a sanificação, enxagua-se a unidade circulando-se água desmineralizada até que a corrente de permeado não apresente traços (odor) de hipoclorito de sódio.

IV. RESULTADOS E DISCUSSÃO

IV. 1. SORO DE QUEIJO

IV. 1. 1. Obtenção do Soro de Queijo

O primeiro ensaio com soro de queijo se deu a partir do leite com a seguinte composição química apresentada na Tabela IV.1:

TABELA IV. 1: Composição química do leite cru e do leite pausterizado (1ºExperimento).

DETERMINAÇÕES	LEITE CRU	LEITE PASTEURIZADO
Resíduo seco (%)*	-	11,64
Proteína Total (%)	-	2,83
Lactose (%)	4,98	4,93
Cinzas (%)	0,771	0,774
Gordura (%)	3,10	3,10
pH	6,67 (12,0 °C)	6,65 (13,0 °C)
Acidez Titulável (% ácido láctico)	0,18	0,185

(* Resíduo Seco (%) = Proteína Total (%) + Lactose (%) + Cinzas (%) + Gordura (%))

Após a fabricação do queijo frescal os teores de resíduo seco, nitrogênio total, lactose e cinzas do soro de queijo obtido foram os seguintes como apresentado na Tabela IV.2:

TABELA IV. 2: Composição química do soro de queijo minas (frescal).

DETERMINAÇÕES	SORO
Resíduo seco (%)*	6,485
Nitrogênio Total (%)	0,0455
Lactose (%)	5,385
Cinzas (%)	0,610
Gordura (%)	0,20
pH	6,49 (17,0 °C)
Acidez Titulável (% ácido láctico)	0,13

(* Resíduo Seco = 6,38x Nitrog. Total(%) + Lactose (%) + Cinzas(%) + Gordura(%))

IV. 1. 2. Descoloração do Soro de Queijo

O soro de queijo sofreu as seguintes alterações quanto ao seu pH e acidez titulável durante o processamento de descoloração, como mostra a Tabela IV.3.

TABELA IV. 3: Acidez titulável e pH do soro de queijo minas frescal durante a descoloração com carvão ativo e negro de ossos (1ºExperimento).

ETAPA	pH	ACIDEZ (% Ácido Láctico)
RECEPÇÃO DO SORO	6,49 (17,0 °C)	0,13
ADIÇÃO DA PASTA DESCORANTE E AJUSTE DA ACIDEZ	-	0,095
FERVURA, REPOUSO E NOVO AJUSTE DA ACIDEZ	-	0,05
TÉRMINO DA DESCOLORAÇÃO	6,93	0,06

De acordo com a bibliografia consultada, existem duas diferenças nos processos de refino de cristais brutos de lactose: a composição da pasta descorante e a massa de pasta descorante a ser usada em relação a massa de cristais de lactose. No processo de WILSON (citado por NICKERSON, 1970) a pasta descorante deve conter 3 partes de negro de ossos (60 %), uma parte de carvão ativo (20 %) e uma parte de ácido clorídrico concentrado (20 %), utiliza-se 1,0 % de pasta descorante em relação à massa de cristais de lactose. Já no processo de GENIN (citado por VEISSEYRE ,1988), a pasta descorante deve conter 3/4 de carvão ativo (75 % carvão ativo animal- negro de ossos e 25 % carvão ativo vegetal) e 1/4 de ácido clorídrico concentrado. A massa de pasta descorante deve ser de 0,25 % da massa de cristais brutos de lactose.

Como no experimento ainda não ocorreu a formação de cristais, utilizou-se 1,0 % da massa de lactose presente no permeado. A lactose foi estimada em 5,0 % da massa de soro de queijo, em função da determinação de Fehling não ser rápida.

O soro após o processo de descoloração não apresentou uma mudança nítida de seu tom de cor amarelo, apresentando-se apenas mais acinzentado em função da adição de pasta descorante contendo carvão ativo finamente dividido.

IV. 1. 3. Ultrafiltração do Soro

Após a ultrafiltração no sistema da ALFA-LAVAL UFS-1 o permeado apresentou a seguinte composição, conforme apresentado na Tabela IV.4:

TABELA IV. 4: Composição do permeado de soro de queijo após o processo de descoloração (1º Experimento).

DETERMINAÇÕES	PERMEADO
Resíduo seco (%)*	6,343
Nitrogênio Total (%)	0,075
Lactose (%)	5,232
Cinzas (%)	0,6329
Gordura (%)	zero

(*Resíduo Seco = 6,38 x Nitrog. Total (%) + Lactose (%) + Cinzas (%) + Gordura (%))

Ao compararmos os teores determinados experimentalmente para soro de queijo e o permeado do mesmo (Tabelas IV.2 e IV.4), verificamos valores similares para o teor de resíduo seco e cinzas.

O teor de gordura não detectado pela determinação, era esperado após a ultrafiltração.

Quanto à cor, o permeado de soro apresentou uma cor similar ao soro, porém sem a turbidez provocada por resíduos de proteína e gordura encontrados no soro. Em função da cor do permeado obtida pode-se concluir que o processo de descoloração não foi eficiente.

O concentrado composto de uma massa lipoproteica obrigatoriamente deve ser descartado por conter uma mistura de carvão vegetal e animal, que resultam num fluido viscoso de aspecto acinzentado. O fato de possuir tal quantidade de carvão impossibilita seu aproveitamento e gera um novo resíduo.

IV. 1. 4. Concentração do Permeado de Soro

A etapa seguinte do experimento foi a concentração. A primeira opção de equipamento foi o rotoevaporador, devido a maior facilidade de ajuste das condições de evaporação. Porém em função deste equipamento apresentar uma baixa capacidade de evaporação, 150 ml/hora, a uma temperatura de banho termostático de aquecimento de 88,0 °C e pressão absoluta de 40 mmHg, tal equipamento não pode ser utilizado. Utilizou-se, então um evaporador a vácuo, encamisado de único efeito, com agitador vertical tipo âncora.

A grande escala desse evaporador não permite muita versatilidade, porém ela foi compensada pela grande capacidade evaporativa e elevada altura do vaso, o que facilita a concentração, evitando o arraste da solução pela espuma, que se forma em grande quantidade durante a operação.

As condições de evaporação foram P vácuo = 620 mmHg (manométrica), Patmosférica de São Caetano do Sul aproximadamente 700 mmHg e P vapor = 0,5 kgf/cm² (manométrica); m permeado = 22,0 kg e m após evaporação = 2,5 kg.

IV. 1. 5. Cristalização

Após acidificação até obter-se o pH próximo de 5,0 (5,05) com a adição de 13,0 ml de ácido clorídrico concentrado, iniciou-se a cristalização em um fermentador de capacidade 2,0 l marca Biolafite com circulação de água de um banho termostático a $25,0 \pm 0,5$ °C.

Após 48 horas de agitação na velocidade de 280 rpm e temperatura de banho constante, não ocorreu o aumento do tamanho dos cristais de lactose. Estes formaram-se em diminutas dimensões devido à grande pressão de cristalização.

IV. 1. 6. Separação e Secagem

A separação dos cristais de lactose do xarope se deu por sedimentação natural. Os cristais obtidos foram secos em estufa a pressão atmosférica e temperatura de 70,0°C.

Os valores determinados dos cristais obtidos no primeiro processamento são apresentados na Tabela IV.5.

TABELA IV. 5: Características dos cristais de lactose obtidos do permeado de soro de queijo tratado com 1,0 % de pasta descorante (1º Experimento).

DETERMINAÇÕES	TEORES
PUREZA DE LACTOSE (%)	89,90
NITROGÊNIO TOTAL (%)	0,36
UMIDADE (%)	7,02

A cor dos cristais obtidos no primeiro processamento apresentou tons bege-amarelados, bem diferentes da lactose P.A., que possui cor branca.

A umidade elevada da amostra se deve principalmente à formação de grumos, que não permitiram uma secagem homogênea da amostra depositada em cápsulas na estufa.

IV. 2. SORO DE QUEIJO ULTRAFILTRADO

Em função do resultado obtido no primeiro experimento, foi antecipada a etapa de ultrafiltração com o objetivo de eliminar os interferentes lipoprotéicos que provavelmente inibem as propriedades descorantes da pasta empregada.

IV. 2. 1. Obtenção do Permeado de Soro de Queijo

O leite utilizado na fabricação do queijo minas frescal tem seus valores de resíduo seco, cinzas, teor de lactose, índice de refração e teor de nitrogênio apresentados na Tabela IV.6.

TABELA IV. 6: Teores de resíduo seco, cinzas, teor de lactose, nitrogênio e índice de refração para o leite cru e leite pausterizado (2º Experimento).

TEORES	LEITE CRU	LEITE PAUSTERIZADO
RESÍDUO SECO (%)	9,99	10,01
CINZAS (%)	0,780	0,839
ÍNDICE DE REFRAÇÃO	1,346 (9,0 °Brix)	1,346 (9,0 °Brix)
NITROGÊNIO TOTAL (%)	0,44	0,45
LACTOSE (%)	4,57	4,60

Após a fabricação do queijo , o soro obtido tem a seguinte composição química apresentada na Tabela IV.7.

TABELA IV. 7: Composição química do soro de queijo minas frescal (2º Experimento).

DETERMINAÇÕES	SORO DE QUEIJO
NITROGÊNIO TOTAL (%)	0,137
LACTOSE (%)	5,02
RESÍDUO SECO (%)*	5,23
CINZAS (%)	0,589
ÍNDICE DE REFRAÇÃO	1,342 (6,2 °Brix)

(*) Resíduo Seco = 6,38 x Nitrog. Total (%) + Cinzas (%) + Lactose (%)

O soro obtido foi ultrafiltrado no sistema de ultrafiltração ALFA-LAVAL UFS-1, com membrana PM-10, obtendo-se o permeado de soro cujos teores são apresentados na Tabela IV.8.

TABELA IV. 8: Teores de nitrogênio total, lactose, cinzas, resíduo seco e índice de refração para o permeado de soro de queijo minas frescal (2º Experimento).

TEORES	PERMEADO DE SORO
NITROGÊNIO TOTAL (%)	0,042
LACTOSE (%)	4,816
RESÍDUO SECO (%)*	5,67
CINZAS (%)	0,586
ÍNDICE DE REFRAÇÃO	1,341 (5,5 °Brix)

(*) Resíduo Seco = 6,38 x Nitrog. Total (%) + Cinzas (%) + Lactose (%)

IV. 2. 2. Concentração Ótima de Pasta Descorante

Para determinar qual a concentração ideal de pasta descorante para obter uma solução de lactose incolor, preparou-se uma nova pasta descorante contendo 60 % de negro de ossos, 20 % de carvão ativo e 20 % de ácido clorídrico concentrado a 36 % (pasta proposta por WILSON). Não foi ajustada a acidez, esta apenas foi determinada; os resultados são apresentados na Tabela IV.9.

O nível de descoloração foi avaliado por observação visual contra azulejos brancos de uma mesma caixa (lote). A descoloração total se deu com a utilização de 10 % de carvão ativo em relação à massa de lactose da amostra. A amostra número 9 com 10 % de carvão negro de ossos (mineral) não obteve a mesma descoloração que a amostra número 8, que continha 10 % de pasta descorante, o que indica que para uma eficiente descoloração é necessário o uso de uma quantidade maior de carvão ativo ou a alteração dos teores de carvão ativo vegetal na pasta descorante.

O teor de pasta descorante utilizado por GENIN (citado por VEISSEYRE, 1988), bem como WILSON (citado por NICKERSON, 1970) é insuficiente no caso da descoloração do soro de queijo ou do permeado de soro de queijo. Tal teor de pasta descorante era utilizado para a descoloração de cristais brutos de lactose.

Foi executado um novo ensaio com 10 % de pasta descorante contendo 60 % de negro de ossos, 20 % de carvão ativo e 20 % de ácido clorídrico concentrado a 36 %, porém com ajuste da acidez em 0,09 % de ácido láctico e as seguintes condições: aquecimento até a ebulição, repouso de 24 horas, nova ebulição, ajuste da acidez a 0,05 % de ácido láctico, repouso e filtração com terra de diatomáceas. A solução de lactose obtida foi ligeiramente descolorida, porém o tom de cor alcançado foi muito próximo do permeado original.

TABELA IV. 9: Acidez e cor de permeado de soro de queijo tratado com pasta descorante de negro de ossos e carvão ativo.

TRATAMENTO	% PASTA * DESCORANTE	ACIDEZ (%)	COR OBTIDA
1	1,00	0,125	Não ocorreu descoloração significativa
2	2,00	0,125	Não ocorreu descoloração significativa
3	3,00	0,125	Não ocorreu descoloração significativa
4	4,00	0,14	Não ocorreu descoloração significativa
5	5,00	0,15	Não ocorreu descoloração significativa
6	6,00	0,16	Ocorreu descoloração significativa
7	8,00	0,19	Descoloração superior ao tratamento 6
8	10,00	0,18	Quase incolor
9 *	10,00 (negro de ossos)	0,10	Cor residual
10 *	10,00 (carvão ativo)	0,09	incolor

* A porcentagem de pasta descorante está relacionada à massa de lactose contida na amostra (0,5 l). A acidez em porcentagem de ácido láctico foi determinada após a adição da pasta e homogenização.

IV. 2. 3. Obtenção de Cristais de Lactose a partir Permeado de Soro de Queijo Minas Frescal (2º Experimento)

Com o resultado dos outros ensaios de descoloração de soro de queijo ou permeado de soro efetuou-se um experimento em maior escala (57,7 kg) de permeado.

O permeado de soro foi tratado com uma pasta descorante contendo 10 % de carvão ativo vegetal, 5 % de negro de ossos e 5 % de ácido clorídrico concentrado P.A. em relação à massa de lactose contida no permeado de soro.

A acidez medida foi de 0,13 % de ácido láctico e o pH = 6,26 a 26,0 °C.

O processo de descoloração foi similar aos anteriores, ou seja, ajuste da acidez a 0,09% de ác. láctico, aquecimento até a ebulição, repouso durante 24 horas, nova ebulição, ajuste da acidez a 0,05% de ác. láctico, repouso de 2 a 3 horas e filtração. Ao término do processo o permeado apresentou uma descoloração significativa, porém não se encontrava incolor.

O permeado de soro foi concentrado no evaporador BOLLA. O concentrado foi colocado em um recipiente com agitação e banho termostático de 25 °C até a cristalização dos cristais. Novamente ocorreu a formação de pequenos cristais que não cresceram provavelmente devido à grande pressão de cristalização, decorrente da alta concentração de lactose. Após sedimentar naturalmente, a lactose foi seca em estufa a 70,0°C.

O resultado das determinações da lactose obtida são apresentadas na Tabela IV.10.

TABELA IV. 10: Nitrogênio total, cinzas e umidade dos cristais de lactose obtidos a partir de permeado de soro de queijo minas frescal tratado com carvão ativo e negro de ossos (2º Experimento).

DETERMINACÕES	TEORES
NITROGÊNIO TOTAL (%)	0,274
CINZAS (%)	3,97
UMIDADE (%)	1,0305

IV. 3. PERMEADO DE LEITE

IV. 3. 1. Obtenção do Permeado de Leite

Após os testes para obtenção da lactose cristalina a partir do soro de queijo e do permeado do mesmo, testou-se o processo para o permeado de leite.

O leite foi pasteurizado na própria usina SHEFFA e transportado para a FEA na UNICAMP. Em seguida foi aquecido a 55,0 °C e ultrafiltrado na unidade piloto de ultrafiltração CARBOSEP com dois cartuchos de ultrafiltração de 3ª geração. Os teores do leite pasteurizado no processo são apresentados na Tabela IV.11.

TABELA IV. 11: Características do leite pasteurizado (3º Experimento).

DETERMINAÇÕES	TEORES
GORDURA (%)	2,75
SÓLIDOS TOTAIS (%)*	10,89
CINZAS (%)	0,77
PROTEÍNA (%)	2,68
ACIDEZ (% Ác. Lático)	0,15

(*) Resíduo Seco (%) = Cinzas (%) + Gordura (%) + Lactose (%) + Proteína (%)

O resultado das determinações do permeado obtido são apresentadas na Tabela IV.12.

TABELA IV. 12: Teor de acidez titulável e lactose do permeado de leite (3º Experimento).

DETERMINAÇÕES	TEORES
ACIDEZ (% Ác. Lático)	0,13
LACTOSE (%)	4,691

IV. 3. 2. Descoloração do Permeado de Leite

Foram testados oito diferentes teores de misturas de carvão ativo e negro de ossos, na proporção de 8 % da massa total de lactose de cada amostra, visando determinar a mistura ideal. A porcentagem de 8 % de mistura de carvões em relação à massa de lactose foi adotada em função desta ter sido o menor teor de mistura para o qual a descoloração foi significativa, no estudo para permeado de soro de queijo.

O procedimento para a descoloração foi o mesmo que nos experimentos anteriores. A Tabela IV.13 apresenta os teores de carvões utilizados, o teor de cinzas após a filtração dos permeados e a cor obtida.

TABELA IV. 13: Diferentes teores de carvões utilizados, teores de cinzas e cor obtida após o tratamento de descoloração.

TRATAMENTO	TEORES		CINZAS (%)	COR OBTIDA
	CARVÃO ATIVO (%)	NEGRO DE OSSOS (%)		
A	100	0	0,5068	incolor
B	80	20	0,5231	quase incolor
C	60	40	0,5139	ligeiramente colorido
D	40	60	0,5760	mais colorida que a anterior
E	20	80	0,5857	quase a mesma cor do padrão original
F	0	100	0,5797	mesma cor do padrão (permeado)
G	50	50	0,5387	intermediária entre o tratamento C e D
H	20	60*	0,6047	cor próxima ao padrão
PERMEADO DE LEITE	0	0	0,5702	PADRÃO

* Pasta descolorante; ainda contém 20 % de ácido clorídrico.

O resultado demonstra que quanto maior o teor de carvão ativo mais eficiente é a descoloração. O teor de cinzas não relaciona bem a descoloração da amostra, pois as diferenças são mínimas.

Observou-se nos tratamentos de maiores teores de negro de ossos uma espuma mais consistente que os tratamentos com teores de carvão ativo vegetal mais elevado. Acredita-se que isso se deva ao fato do carvão ativo vegetal adsorver compostos orgânicos que atuam como tensoativos dessas soluções.

IV. 3. 3. Obtenção de Cristais de Lactose a partir de Permeado de Leite Descolorido (3º Experimento)

O permeado de leite foi tratado com a mesma pasta descolorante que o permeado de soro e permeado de soro descolorido haviam sido tratados. A cor do permeado de leite após a etapa de descoloração é a mesma do permeado original.

O resultado confirma que a pasta descolorante proposta por GENIN (citado por VEISSEYRE, 1988), como a pasta proposta por WILSON (citado por NICKERSON, 1970), não são eficientes na descoloração de soro de queijo, permeado de soro de queijo ou permeado de leite, mesmo utilizando teores mais elevados de pasta descolorante (8 % em relação à massa de lactose).

As condições de concentração foram mantidas similares aos processamentos anteriores, com a exceção de que o permeado de leite foi acidificado com ácido clorídrico até pH = 1,0, para facilitar a cristalização na conformação de cristal α -lactose.

Tal procedimento resultou na transformação dos cristais em uma massa marrom durante a secagem em estufa a 40°C, pelo fato dos cristais de lactose que não terem sido neutralizados. A massa foi descartada não sendo determinado nenhum teor de lactose na mesma.

IV. 3. 4. Obtenção de Cristais de Lactose a partir de Permeado de Leite
(4º Experimento)

Na obtenção de permeado de leite, para o segundo experimento as determinações físico-químicas do leite e do permeado do leite são apresentadas na Tabela IV.14.

TABELA IV. 14: Características do leite e do permeado de leite (4º Experimento)

DETERMINAÇÕES	LEITE	PERMEADO DE LEITE
ACIDEZ (% Ác. Láctico)	0,15	0,13
pH	6,59	5,95
LACTOSE (%)	-	4,71
CINZAS (%)	0,70	0,49
RESÍDUO SECO (%)*	11,85	5,37
GORDURA (%)	3,26	0,00
PROTEÍNA (%)	3,177	0,172

(*) Resíduo Seco (%) = Cinzas(%) + Proteínas (%) + Gordura (%) + Lactose (%)

A principal diferença do permeado foi a ausência de cor e odor característico de permeados dos experimentos anteriores.

Em função da ausência de cor do permeado não foi necessária a etapa de descoloração.

Após a concentração, cristalização e separação a massa de cristais obtida apresentou uma cor creme ou bege claro. Para eliminar essa cor dos cristais realizou-se a lavagem dos cristais com vapor e com água destilada gelada a 5,0 °C.

Tanto a lavagem dos cristais brutos de lactose com vapor de água como com água destilada gelada a 5,0 °C, foram efetuados com auxílio de um dessorador de queijo de pequena abertura de malha como elemento filtrante.

Após a lavagem dos cristais foram quantificados a massa de lactose na água mãe, o teor de água residual na massa de lactose e a cor da massa de lactose. Estes são apresentados na Tabela IV.15.

TABELA IV. 15: Características dos cristais de lactose obtidos de permeado de leite, após lavagem (4º Experimento).

TEORES	LAVAGEM COM	
	VAPOR	ÁGUA DESTILADA
UMIDADE (%)	20,19	31,99
LACTOSE (água mãe) (%)	26,75	5,245
MASSA DA ÁGUA MÃE (g)	49,90	227,30
COR DOS CRISTAIS LAVADOS	creme	branca

Os dados apresentados na Tabela IV.15 mostraram que apesar da lavagem dos cristais brutos com água destilada gelada produzir uma lactose mais úmida e uma quantidade maior de água mãe ou água de lavagem, sua eficiência é maior que a lavagem com vapor em função da cor da lactose obtida.

A grande massa de água de lavagem possivelmente seria minimizada ao se efetuar tal lavagem em conjunto com a separação dos cristais em uma centrífuga de cesto. Durante a lavagem dos cristais com vapor ocorreu a formação de grumos amarelados e a massa obtida não era homogênea.

Após a lavagem com vapor ou água gelada, os cristais obtidos foram secos em estufa à pressão atmosférica local e com circulação forçada de ar a 45,0 °C. Após 2,0 horas de secagem ocorreu escurecimento da lactose, principalmente a lactose lavada com vapor.

O escurecimento durante a secagem indica dois fatos. Primeiro : os compostos interferentes existentes nos cristais de lactose, podem estar relacionados com as reações de escurecimento durante a secagem. Segundo: é necessário adotar condições mais brandas de secagem dos cristais.

Um novo ensaio foi executado, lavando-se a lactose com água gelada a 5,0 °C e secando-se com estufa a vácuo na temperatura de 67,0 °C e pressão de vácuo de 700 mmHg, durante 2,0 horas. A lactose não sofreu escurecimento, mantendo a cor branca obtida após a lavagem.

A Tabela IV.16 apresenta os teores dos cristais de lactose lavados com vapor de água e água destilada a 6,0°C.

TABELA IV. 16: Características dos cristais de lactose de permeado de leite lavados com vapor e água destilada a 6,0 °C (4° Experimento).

TEORES	LACTOSE	
	LAVAGEM COM VAPOR	LAVAGEM COM ÁGUA DESTILADA
PUREZA (%)	92,31	99,37
CINZAS (%)	3,146	0,6587
NITROGÊNIO TOTAL (%)	0,188	0,0675

Os valores obtidos na Tabela IV.16 indicam que a lavagem com água destilada resfriada reduz mais os teores de impurezas dos cristais de lactose que a lavagem com vapor.

IV. 3. 5. Obtenção de Cristais de Lactose Lavados com Água a partir de Permeado de Leite (5° Experimento)

Repetiu-se o quarto experimento de permeado de leite utilizando as adaptações testadas no mesmo.

Para o quinto experimento utilizou-se permeado de leite, processado a partir de leite pasteurizado. Os valores experimentais determinados do leite utilizado e do permeado obtido são apresentados na Tabela IV.17.

TABELA IV. 17: Composição química do leite e do permeado leite ultrafiltrado (5° e 6° Experimentos).

DETERMINAÇÕES	LEITE	PERMEADO
RESÍDUO SECO (%)	11,48	5,10
PROTEÍNA (%)	3,30	0,23
LIPÍDEOS (%)	2,80	não determ.
CINZAS (%)	0,90	0,56
LACTOSE (%)	-	4,312

A concentração se deu a uma pressão de vácuo menor que 550 mmHg e com uma pressão de vapor de 2,0 kgf/cm². Para evitar o arraste da solução pela espuma, diminuiu-se a intensidade do vácuo durante a concentração.

Como a solução concentrada encontrava-se supersaturada, ao retirar a massa do concentrador e esta sofrer o resfriamento de alguns graus, ocorreu a cristalização, razão pelo qual não foi acidificada.

Após a lavagem dos cristais obtidos com água destilada a 6,0 °C, secou-se em estufa à Pressão de vácuo de 700 mmHg e temperatura de 70,0 °C durante 4,0 horas.

A lactose obtida apresenta as seguintes características, conforme a Tabela IV.18.

TABELA IV. 18: Características dos cristais de lactose lavados, obtidos a partir do permeado de leite (5° Experimento)

DETERMINAÇÕES	TEORES
NITROGÊNIO TOTAL (%)	0,089
CINZAS (%)	1,998
LACTOSE (%)	97,33

IV. 3. 6. Obtenção de Cristais de lactose a partir de Permeado de Leite com o Uso de Antiespumante (6° Experimento)

Utilizando-se o mesmo permeado de leite do quinto experimento, testou-se a adição de um antiespumante, para diminuir a quantidade de espuma formada durante a concentração no evaporador BOLLA.

A composição química do leite e do permeado de leite estão apresentados na Tabelas IV.17 .

A operação de concentração se deu à pressão de vácuo de 610 mmHg, pressão de vapor saturado de 2,0 kgf/cm² e adição de 0,000054 % de antiespumante Dow Fluent Lote 92C, em relação à massa de permeado utilizada. A espuma não se formou como nas operações anteriores, porém ainda ocorreram dificuldades no controle da mesma, para que não ocorresse arraste da solução do evaporador.

A lavagem e secagem foram efetuados de acordo com o 5° experimento.

As características dos cristais de lactose obtidos a partir de permeado de leite são apresentados na Tabela IV.19.

TABELA IV. 19: Características dos cristais de lactose obtidos a partir de permeado de leite e com o uso de antiespumante* (6° experimento).

DETERMINAÇÕES	TEORES
NITROGÊNIO TOTAL (%)	0,2868
CINZAS (%)	4,3385
LACTOSE (%)	97,11

* 0,000 054% de antiespumante em relação à massa de permeado

IV. 3. 7. Obtenção do Permeado (7°, 8° e 9° Experimentos)

Na Tabela IV.20 são apresentados a composição química do leite e do permeado de leite obtido, utilizados no 7°, 8° e 9° experimentos.

TABELA IV. 20: Composição química do leite e do permeado de leite ultrafiltrado (7°, 8° e 9° experimentos).

DETERMINAÇÕES	LEITE	PERMEADO
RESÍDUO SECO (%)	11,92	5,495
PROTEÍNA (%)	3,06	0,227
LIPÍDEOS (%)	3,25	-
CINZAS (%)	0,70	0,453
LACTOSE (%)	-	4,815

O provável responsável pela absorção dos compostos de cor do leite (riboflavina) são os tubos de grafite que dão suporte ao óxido de zircônio.

O permeado foi dividido e armazenado em congelador a -20,0 °C, para estudar a influência da: (1) adição de antiespumante, (2) da sementeira de cristais de lactose P.A. suspensos em etanol também P.A. e (3) da adição de antiespumante com sementeira.

IV. 3. 7. 1. Obtenção de Cristais de Lactose a partir de Permeado de Leite com o Uso de Antiespumante (7°Experimento).

Foi executado o ensaio utilizando-se a quantidade de 0,00017 %, em relação à massa de permeado, de antiespumante Dow Fluent Lone 113C Lote 920916-722 com data de 16/09/92.

As condições de evaporação foram: Pressão de vácuo de 620 mmHg e Pressão do vapor saturado de aquecimento de 1,0 kgf/cm². Ao retirar o xarope concentrado de lactose este encontrava-se com 80,75 °Brix e temperatura de 44,0 °C, com a diminuição de poucos graus centígrados o xarope supersaturado cristalizou-se.

As condições de lavagem e secagem foram similares aos últimos três experimentos.

Na Tabela IV.21 apresenta-se as características dos cristais de lactose do experimento com antiespumante.

TABELA IV. 21: Características química dos cristais de lactose obtidos a partir de permeado de leite com o uso de antiespumante* (7º experimento).

DETERMINAÇÕES	TEORES
NITROGÊNIO TOTAL (%)	0,3215
CINZAS (%)	4,58
LACTOSE (%)	98,36

*0,00017% de antiespumante em relação à massa de permeado

IV. 3. 7. 2. Obtenção de Cristais de Lactose com Semeadura a partir de Permeado de Leite (8º Experimento)

Durante a concentração efetuada a Pressão de vácuo de 600 mmHg e Pressão de vapor saturado de aquecimento de 1,5 kgf/cm², ao concentrar-se o permeado até 45,0 °Brix, medida obtida após a coleta de uma amostra e em função do aumento de viscosidade percebida visualmente. Adicionou-se 158,0 g de solução alcoólica de lactose P.A. na concentração de 9,90 % em massa.

Logo após a adição ocorreu a formação de uma espuma densa e branca até o final do processo. Ao descarregar o xarope e este sofrer um pequeno resfriamento (a temperatura de saída do evaporador foi de 51,0 °C), ocorreu a cristalização.

As determinações químicas dos cristais de lactose obtidos após a lavagem e secagem são apresentados na Tabela IV.22.

TABELA IV. 22: Determinações químicas dos cristais de lactose com sementeira, obtidos do permeado de leite (8º experimento)

DETERMINACÕES	TEORES
NITROGÊNIO TOTAL (%)	0,0504
CINZAS (%)	0,3416
LACTOSE (%)	97,84

IV. 3. 7. 3. Obtenção de Cristais de Lactose com Sementeira, a partir de Permeado de Leite e com o Uso de Antiespumante (9º Experimento).

Antes do início da concentração adicionou-se o antiespumante Dow Fluent Lone 113C na proporção de 0,00050 % de massa de permeado. As condições de evaporação foram mais brandas com 640 mmHg de Pressão de vácuo e 0,5 kgf/cm² de pressão de vapor saturado no aquecimento.

A sementeira se deu quando o xarope de lactose encontrava-se com 31,50 % de sólidos solúveis. A massa de lactose suspensa em etanol foi de 0,076 % da massa de permeado de leite inicial.

Ao concentrar poucos minutos após a sementeira, ocorreu a cristalização da lactose , o que obrigou a uma parada repentina do aquecimento.

Ao término da lavagem e secagem dos cristais obteve-se as seguintes determinações químicas dos cristais, apresentadas na Tabela IV.23.

TABELA IV. 23: Determinações químicas dos cristais de lactose obtidos a partir do permeado de leite com adição de antiespumante* e sementeira (9º experimento).

DETERMINAÇÕES	TEORES
NITROGÊNIO TOTAL (%)	0,688
CINZAS (%)	7,990
LACTOSE (%)	86,11

*0,00050 % de antiespumante em relação à massa de permeado.

Na Tabela IV. 24 encontram-se sumarizados os resultados dos nove experimentos.

TABELA IV. 24: Apresentação resumizada dos nove experimentos.

Nº do EXPERIMENTO		1º	2º
MATÉRIA PRIMA		soro de queijo	permeado de soro
COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO PERMEADO	Nitrogênio Total (%)	0,075	0,042
	Cinzas (%)	0,6329	0,586
	Lactose (%)	5,232	4,816
	Cor	amarela	amarela
FLUXOGRAMA		soro queijo descoloração ultrafiltração concentração cristalização secagem	soro queijo ultrafiltração descoloração concentração cristalização secagem
DETERMINAÇÕES DOS CRISTAIS DE LACTOSE OBTIDOS	Nitrog. Total (%)	0,36	0,274
	Cinzas (%)	-	3,97
	Lactose (%)	89,90	-
	Cor	bege escura	bege clara
OBSERVAÇÕES		-	-

TABELA IV. 24: Apresentação sumarizada dos nove experimentos (continuação).

Nº do EXPERIMENTO		3º	4º	
MATÉRIA PRIMA		permeado de leite	permeado de leite	
COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO PERMEADO	Nitrogênio Total (%)	-	0,027	
	Cinzas (%)	0,570	0,49	
	Lactose (%)	4,69	4,71	
	Cor	amarela	incolor	
FLUXOGRAMA		leite ultrafiltração descoloração concentração cristalização separação secagem	leite ultrafiltração concentração cristalização separação lavagem secagem	
DETERMINAÇÕES DOS CRISTAIS DE LACTOSE OBTIDOS	Nitrog. Total (%)	-	c/ vapor	c/ água
	Cinzas (%)	-	0,188	0,0675
	Lactose (%)	-	3,146	0,6587
	Cor	-	92,31 bege clara	99,37 branca
OBSERVAÇÕES		-	-	

TABELA IV. 24: Apresentação sumarizada dos nove experimentos (continuação).

Nº do EXPERIMENTO		5º	6º
MATÉRIA PRIMA		permeado de leite	permeado de leite
COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO PERMEADO	Nitrogênio Total (%)	0,036	0,036
	Cinzas (%)	0,56	0,56
	Lactose (%)	4,312	4,312
	Cor	incolor	incolor
FLUXOGRAMA		leite ultrafiltração concentração cristalização separação lavagem secagem	leite ultrafiltração concentração ① cristalização separação lavagem secagem
DETERMINAÇÕES DOS CRISTAIS DE LACTOSE OBTIDOS	Nitrog. Total (%)	0,089	0,2868
	Cinzas (%)	1,998	4,3385
	Lactose (%)	97,33	97,11
	Cor	branco leitoso	branca
OBSERVAÇÕES		-	①concentração com antiespumante

TABELA IV. 24: Apresentação sumarizada dos nove experimentos (continuação).

N° do EXPERIMENTO		7°	8°	9°
MATÉRIA PRIMA		permeado de leite	permeado de leite	permeado de leite
COMPOSIÇÃO QUÍMICA DO PERMEADO	Nitrogênio Total (%)	0,0356	0,0356	0,0356
	Cinzas (%)	0,4529	0,4529	0,4529
	Lactose (%)	4,815	4,815	4,815
	Cor	incolor	incolor	incolor
FLUXOGRAMA		leite ultrafiltração concentração ^② cristalização separação lavagem secagem	leite ultrafiltração concentração ^③ cristalização separação lavagem secagem	leite ultrafiltração concentração ^④ cristalização separação lavagem secagem
CARACTERÍSTICAS DOS CRISTAIS DE LACTOSE OBTIDOS	Nitrog. Total (%)	0,3215	0,0504	0,688
	Cinzas (%)	4,58	0,3416	7,990
	Lactose (%)	98,36	97,84	86,11
	Cor	branca	branca	branca
OBSERVAÇÕES		②concentração com antiespumante	③concentração com sementeira	④concentração com sementeira e antiespumante

A antecipação da etapa de descoloração para eliminar compostos coloridos antes da obtenção de cristais de lactose bruta, não foi bem sucedida. É provável que a quantidade de compostos coloridos e impurezas, contidos no soro de queijo e permeado de soro de queijo sejam superiores aos teores dos cristais de lactose bruta, o que explica a não descoloração das soluções.

Ao utilizar membranas de terceira geração, a base de óxido de zircônio e carbono grafite, pode-se obter um permeado incolor, o que elimina a necessidade da etapa de descoloração. Isso pode ser atribuído ao fato das membranas minerais possuírem como suporte carbono grafite, o qual absorve os compostos coloridos do leite.

Ao comparar os teores de cinzas e nitrogênio total do 5^o e 6^o experimentos, verifica-se que no 6^o experimento os teores de nitrogênio total e cinzas são aproximadamente quatro vezes maiores que os teores do 5^o processamento. Como em ambos experimentos foi utilizado o mesmo permeado de leite, é provável que o antiespumante utilizado, dificulte a operação de lavagem dos cristais.

Ao comparar os teores de cinzas e nitrogênio total dos 7^o, 8^o e 9^o experimentos, verifica-se novamente maiores teores de nitrogênio total e cinzas nos experimentos com antiespumante o que confirma o fato do anti-espumante dificultar a lavagem dos cristais. Nos três experimentos trabalhou-se com o mesmo permeado.

Ao comparar o 4^o e 8^o experimentos quanto aos teores de lactose, cinzas e nitrogênio total na composição do permeado de leite, verifica-se que esses teores são bastante próximos. Porém a lactose obtida no 8^o experimento, com sementeira, possui teores de nitrogênio total e cinzas menores. É provável que com a introdução de cristais de lactose P.A. em etanol (sementeira) foi produzido um número maior de cristais, mesmo que com dimensões reduzidas. Como as impurezas existentes provavelmente são de mesma origem e em quantidades similares, acredita-se que ocorreu uma menor interferência no crescimento dos cristais em relação ao número ou massa de cristais.

Ao comparar os teores de pureza de lactose do 4^o, 5^o, 6^o, 7^o e 8^o experimentos observa-se que os teores são próximos. Uma melhor operação de lavagem deve elevar o teor de pureza da lactose acima de 99,5%, uma vez que tal operação foi realizada, neste trabalho, de forma rudimentar.

V. CONCLUSÃO

O uso da pasta descorante conforme proposta por GENIN (citado por VEISSEYRE, 1988), ou por WILSON (citado por NICKERSON, 1970), não é eficiente na descoloração de soro de queijo, permeado de soro ou permeado de leite, mesmo na proporção de 8% de pasta descorante em relação à massa de lactose presente, conforme verificado nas tabelas IV.9 e IV. 13.

A ultrafiltração com membranas de 3ª geração auxilia a adsorção dos compostos coloridos do soro de queijo ou leite.

É possível obter lactose com alto grau de pureza a partir de permeado de leite, obtido através de ultrafiltração de leite em sistema de ultrafiltração dotado de membranas minerais, sem descoloração do permeado e sem a necessidade do refino de lactose bruta.

O uso de antiespumante durante a etapa de concentração dificulta a lavagem dos cristais de lactose.

O processo para extração de lactose a partir de permeado de leite, obtido por ultrafiltração do leite em membranas minerais, concentração à vácuo do permeado, cristalização, separação, lavagem dos cristais com água a 5°C e secagem é viável tecnologicamente.

VI. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- . **A.O.A.C.** - "Official methods of analysis of the Association of the examination of dairy products"- A.O.A.C., 14^oed., Arlington-USA, 1984.
- . **ATHERTON, H.V.; NEWLANDER, J.A.** - "Chemistry and testing of dairy products"- Avi Publishing Company, 2^oed., Westport-USA, 396 p., 1981.
- . **BRASIL**, 1993. Banco do Brasil S.A., Carteira de Comércio Exterior - CACEX. São Paulo. Catálogo dos Produtos Importados pelo Brasil, nº 17.02.0100 e 17.02.9900.
- . **BRINKMAN, G.E.** 1976. New ideas for the utilization of lactose-principles of lactose manufacture. J. Soc. Dairy Technol. 29 101-107.
- . **BUMA, T.J. AND WIEGERS, G.A.** 1967. X-ray powder patterns of lactose and unit cell dimensions of β -lactose. Neth. Milk Dairy J. 21, 208-213.
- . **CERBULIS, J.** 1973. Application of Steffen process and its modifications to recovery of lactose and proteins. J. Agri. Food Chem 21 255-257.
- . **HAASE, G. and NICKERSON, T.A.**, 1966. Kinetic reactions of alpha beta lactose. II. crystallization. J. Dairy Sci. 49, 757-761.
- . **GENIN G.** 1961. Progres récents dans la fabrication et les emplois du lactose. Le Lait, 409-410, 616-626.
- . **HERRINGTON, B. L.** 1934 A. Some physico-chemical properties of lactose. II. Factors influencing the crystalline habitat of lactose. J. Dairy Sci. 17, 533-542.
- . **HERRINGTON, B. L.** 1934 B. Some physico-chemical properties of lactose. VI. The solubility of lactose in salt solutions; the isolation of a compound of lactose and calcium chloride. J. Dairy Sci. 17, 805-814.
- . **HUNZIKER, O.** 1949. Condensed Milk Products, 6th ed. Published by the author, La Grange, Illinois.

- . **HUNZIKER, O.F. and NISSEN, B.H.** 1927. Lactose solubility and lactose crystal formation II. Lactose crystal formation. *J. Dairy Sci.* 10 139-154.
- . **JELÉN, P. AND COULTER, S.T.** 1973. Effects of certain salts and other whey substrates on the growth of lactose crystals. *J. Dairy Sci.* 1186-1189.
- . **JENNES, R., REGEHR, E. A. and SLOAN, R. E.** 1964. Comparative biochemical studies of milks. II. Dialyzable carbohydrates. *Comp. Biochem. Physiol.* 13, 339-353.
- . **KERKKONEN, H.K. KAKKAINEN, V. J. and ANTILA, M.** 1963. On the manufacture of protein concentrate and lactose from milk. *Finnish J. Dairy Sci.* 24, 61-68.
- . **KREVALD, A. VAN and MICHAELS, A. S.** 1965. Measurement of crystals growth of α -lactose. *J. Dairy Sci.* 48, 259-265.
- . **KYLE, R. C. and HENDERSON, R. J.** 1970. Lactose manufacture. U.S. Patent 3,511,266.
- . **LEVITON, A.** 1943. Adsorption of riboflavin by lactose. Influence of concentration. *Ind. Eng. Chem.* 35, 589-593.
- . **LEVITON, A.** 1944. Adsorption of riboflavin by lactose. Influence of temperature. *Ind. Eng. Chem.* 36, 744-747.
- . **MALDONADO, J.** 1991. Membranas e Processos de Separação. Instituto Nacional de Tecnologia. Rio de Janeiro, 3-4 e 15- 27.
- . **MICHAELS, A. S. and KREVELD, A. VAN.** 1966. Influence of additives on growth rates in lactose crystals. *Neth. Milk Dairy J.* 20, 163-181.
- . **NICKERSON, T. A.** 1954. Lactose crystallization in ice cream. I. Control of crystal size by seeding. *J. Dairy Sci.* 37, 1099-1105.
- . **NICKERSON, T. A.** 1962. Lactose crystallization in ice cream. IV. Factors responsible for reduced incidence of sandiness. *J. Dairy Sci.* 45, 354-359.

- NICKERSON, T. A.** 1970. Lactose .In: Byproducts from Milk. B.H. Webb and E. O. Whittier (Editors).AVI Publishing Co., Westport, Conn., pp.356-380.
- NICKERSON, T. A.** 1974. Lactose. In: Fundamentals of Dairy Chemistry, 2nd ed. B.H. Webb, A. H. Jonhson, and J.A. Alford (Editors). AVI Publishing Co., Westport,Conn., pp.273-324.
- NICKERSON, T. A.** 1979. Lactose Chemistry. J. Agric. Food Chem., Vol. 27 No. 4, 672-677.
- NICKERSON, T. A. and MOORE, E.E.** 1972. Solubility interaction of lactose and sucrose. J. Dairy Sci. 37, 60-61.
- NICKERSON, T. A. and MOORE, E.E.** 1974A. Alpha lactose and crystalization rate. J. Dairy Sci. 57, 160-164.
- NICKERSON, T. A. and MOORE, E.E.** 1974B. Lactose influencing lactose crystalization. J. Dairy Sci. 57, 1315-1319.
- NORMAS ANALÍTICAS DO INSTITUTO ADOLFO LUTZ, 3ª Ed.** Ed. Edgar Blucher. São Paulo-SP (1985).
- OLIVEIRA, J. S.** 1986. Queijos : Fundamentos Tecnológicos, 2ª Ed. Icone Editora Ltda. Campinas-SP.
- PALLANSCH, M. J.** 1973. New methods for drying acid drying acid whey. In: Proceedings of the Whey Products Conference, 1972, ERRL Pub. No. 3779, U.S. USDA ARS. Eastern Regional Research Center, Philadelphia.
- PARRISH, F. W., SHARPLES, P. M., HOAGLAND, P.D. and WOYCHIK, J. H.** 1979. Demineralization of cheddar whey ultrafiltrate with thermally regenerable ion-exchange resins: Improved yield yield of α -lactose monohydrate. J. Dairy Sci. 44, 555-557.
- PFEFFER, P.E., VALENTINE, K.M. and PARRISH, F.W.** 1979. Deuterium-induced differential isotope shift C NMR. 1, Resonance reassignments of mono- and dissaccharides. J. Am. Chem. Soc. 1001, 1265-1274.

- SEPARATIONS MEMBRANES.** Chemical Processing Application in Separation Membranes. s.l., Chemical Systems Inc.,1983. 291p. (Report n. 82-3)
- TWIEG, W. C. and NICKERSON, T. A.** 1968. Kinetics of lactose crystallization. *J. Dairy Sci.* 51, 1720-1724.
- VAN DEN BOS, M.J.** 1987. Backgrounds of Technologies Used for the Production of Lactose. *Bulletin of International Dairy Federation*, n.212, p.99-102.
- VAN HOOK, A.** 1961. *Crystallization: Theory and Practice.* Reinhold Publishing Corp., New York.
- VEISSEYRE, R.** // Tecnología de los Productos Derivados del Lactosuero y la Mazada. //In:Lactología técnica, 2ª Ed .Zaragoza Ed. Acribia (1988). pp. 573-586.
- WALSH, J. P., ROOK, J.A. F. and DODD, F. H.** 1968. The measurement of the effects and environmental factors on the lactose content of the milk of individual cows and of the herd bulk milk in a number of commercial herds. *J. Dairy Res.* 35, 107-125.
- WEBB, B. H.,JOHNSON, A. H. and ALFORD, A. J.** 1978.2º Ed.Fundamentals of Dairy Chemistry.The Avi Publishing Company Inc.;Westport.
- WEBB, B. H. and WHITTIER, E. O.** 1970.2º Ed. Byproducts from Milk. The Avi Publishing Company Inc.;Westport,pp.356-380.
- WONG, N. P.** 1988.3º Ed. Fundamentals of Dairy Chemistry. Van Nostrand Reinhold Company; New York, pp.279-342.
- WOYCHIK, J. W.** 1982. Whey and lactose. In: *CRC Handboock of Processing and Utilization in Agriculture*, Vol. I: Animal Products. I.A. Wolff (Editor). CRC Press, Boca Raton, Fla.
- ZERBAN, F. W. and MARTIN, J.** 1949. Refractive indices of lactose solutions. *J. Assoc. Agric. Chem.* 32, 709-713.