



UNICAMP
BIBLIOTECA CENTRAL
SEÇÃO CIRCULANTE

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA DE ALIMENTOS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE ALIMENTOS

INFLUÊNCIA DA VELOCIDADE TANGENCIAL E DA PRESSÃO TRANSMEMBRANA NA OBTENÇÃO DE CASEÍNA POR MICROFILTRAÇÃO

PARECER

Este exemplar corresponde à redação final da tese defendida por **Cristiane Vieira Ferreira** aprovada pela Comissão Julgadora em 06 de julho de 2001.

Campinas, 06 de julho de 2001


Prof. Dr. Luiz Antonio Viotto
Presidente da Banca

Cristiane Vieira Ferreira
Engenheira Química

Prof. Dr. Luiz Antonio Viotto
Orientador

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

Campinas – SP
2001



2001.7.837

UNIDADE OC
 1.ª CHAMADA:
T/ UNICAMP
F413i
 Ex.
 TOMBO BC/ 46149
 PROC. 16-392/01
 C ☐ D ☐ X ☒
 PREC* R\$ 11,00
 DAT 17-08-01
 CPD

CM00158822-0

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

F413i Ferreira, Cristiane Vieira
 Influência da velocidade tangencial e da pressão
 transmembrana na obtenção de caseína por microfiltração /
 Cristiane Vieira Ferreira. – Campinas, SP: [s.n.], 2001.

Orientador: Luiz Antonio Viotto
 Dissertação (mestrado) – Universidade Estadual de
 Campinas. Faculdade de Engenharia de Alimentos.

1.Caseína. 2.Proteínas – Separação. 3.Leite – Proteínas.
 4.Membranas (Tecnologia). 5.Microfiltração* I.Viotto, Luiz
 Antonio. II.Universidade Estadual de Campinas.Faculdade de
 Engenharia de Alimentos. III.Título.

BANCA EXAMINADORA



**PROF. DR. LUIZ ANTONIO VIOTTO
(ORIENTADOR)**



**PROFa. DRa. MARIA ANGELA DE ALMEIDA MEIRELES
(MEMBRO)**



**PROFa. DRa. WALKÍRIA HANADA VIOTTO
(MEMBRO)**

**PROF. DR. CARLOS ALBERTO GASPARETTO
(SUPLENTE)**

Campinas – 2001

Aos meus pais, Iêda e João...
Ao meu irmão Albert...
Ao Marc...
Aos amigos de coração...
pelo amor, carinho, apoio, incentivo
e compreensão.

AGRADECIMENTOS

A Deus, por todos os momentos.

Ao professor Luiz Antonio Viotto pela orientação, amizade e estímulo. Graças a sua perseverança foi possível concretizar essa proposta de trabalho.

Às professoras Walkíria Hanada Viotto, Maria Angela de Almeida Meireles e ao professor Carlos Alberto Gasparetto pelo exame prévio do manuscrito, correções e sugestões à tese.

A meus pais pela oportunidade de ter tido um começo.

Ao Marc pelo amor, incentivo e paciência. Vielen Dank!

À Sueli, Leila, Jorge, Zé Dornelas, Luciana, Dong, Carlos e Roberto pela ajuda, pelos momentos de descontração, companheirismo e apoio.

À técnica do laboratório de Leite e Derivados, Bete, pela amizade e valiosos ensinamentos durante a execução das análises químicas.

À aluna Fernanda Yumi Ushikubo pelo auxílio nas análises químicas. Ao Sorriso pelo ponta pé inicial.

Aos funcionários das plantas pilotos e laboratórios do Departamento de Tecnologia de Alimentos pelo apoio e colaboração prestados, durante o decorrer dos experimentos, em especial ao Nelson e Edinho.

A todos os amigos e colegas da Universidade Estadual de Campinas.

Ao CNPq e à FAPESP, projeto nº 99/10082-5, pelo auxílio financeiro.

ÍNDICE

RESUMO.....	1
SUMMARY.....	3
I. INTRODUÇÃO.....	5
II. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	7
II.1. Caseína.....	7
II.1.1. Introdução.....	7
II.1.2. Produção de caseína.....	8
II.1.3. Aplicações da caseína.....	12
II.2. Fundamentos do Processo de Microfiltração.....	13
II.2.1 Processos de membrana.....	13
II.2.2. Aplicação da microfiltração na indústria de laticínios.....	16
II.2.3. Separação de caseína.....	17
II.3. Planejamento Experimental e Análise de Superfície de Resposta.....	22
III. MATERIAIS E MÉTODOS.....	23
III.1 Fracionamento das proteínas do leite.....	23
III.2. Planejamento Experimental.....	25
III.3. Métodos analíticos.....	26
III.4. Determinação do fluxo de permeado.....	27
III.5. Determinação da eficiência na concentração de caseína.....	28
IV. RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	29
IV.1. Análise da composição do concentrado de caseína durante o processo de concentração e diafiltração.....	29
IV. 2. Desempenho do processo de microfiltração.....	42
IV.2.1. Razão J/τ_w	42
IV.2.2. Fluxo de permeado.....	45
IV.2.3. Efeito da velocidade tangencial e da pressão transmembrana no fluxo de permeado global.....	50
IV.2.4. Efeito da velocidade tangencial e da pressão transmembrana na porcentagem de variação da relação C_s/P_t	52

IV.2.5. Análise estatística do efeito da velocidade tangencial e da pressão transmembrana.....	55
V. CONCLUSÕES.....	65
VI. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	67
VII. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	69
ANEXOS.....	77
<i>Anexo I. Descrição detalhada dos componentes do sistema de microfiltração.....</i>	<i>77</i>
<i>Anexo II. Descrição do procedimento adotado para realização de um experimento.....</i>	<i>79</i>
<i>Anexo III. Descrição do procedimento adotado para limpeza da membrana.....</i>	<i>80</i>
<i>Anexo IV. Gráficos complementares à análise estatística dos dados de % variação da relação Cs/Pt e do fluxo de permeado, a FC=4.....</i>	<i>82</i>
<i>Anexo V. Dados relativos ao fluxo de permeado e mudança da composição do leite desnatado durante as microfiltrações.....</i>	<i>87</i>

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1. Proteínas do leite.....	7
Tabela 2. Principais diferenças entre a caseína (Cs) e as proteínas do soro (PS).....	8
Tabela 3. Tamanho dos constituintes do leite e de bactérias.....	16
Tabela 4. Condições experimentais de microfiltração de leite desnatado, em membranas cerâmicas, para obtenção de concentrado de caseína	20
Tabela 5. Matriz de experimentos.....	26
Tabela 6. Média da composição centesimal, em base seca, e pH, do leite reconstituído....	29
Tabela 7. Composição centesimal da alimentação e dos concentrados de caseína durante a microfiltração/diafiltração.....	33
Tabela 8. Porcentagem de variação da gordura (% variação G) em função da velocidade tangencial e da pressão transmembrana até FC = 4.....	39
Tabela 9. Valor dos efeitos da velocidade tangencial, pressão transmembrana e da interação entre esses efeitos sobre a porcentagem de variação da G.....	40
Tabela 10. Estimativa dos efeitos e seus desvios padrão para a % variação G.....	40
Tabela 11. Tabela de Análise de Variância para a % variação G.....	40
Tabela 12. Valor dos efeitos da velocidade tangencial, pressão transmembrana e da interação entre esses efeitos sobre a razão J_f/τ_w	45
Tabela 13. Porcentagem de caseína e relação Cs/Pt em função da velocidade tangencial e da pressão transmembrana.....	53
Tabela 14. Porcentagem de variação da relação Cs/Pt em função da velocidade tangencial e da pressão transmembrana.....	54
Tabela 15. Porcentagem de variação de Cs/Pt e fluxo de permeado global em função da velocidade tangencial e da pressão transmembrana até FC = 4.....	55
Tabela 16. Valor dos efeitos da velocidade tangencial, pressão transmembrana e da interação entre esses efeitos sobre a porcentagem de variação da relação Cs/Pt e o fluxo de permeado.....	56
Tabela 17. Estimativa dos efeitos e seus desvios padrão para a resposta fluxo de permeado.....	56
Tabela 18. Tabela de Análise de Variância para a resposta fluxo de permeado.....	57
Tabela 19. Estimativa dos efeitos e seus desvios padrão para a resposta % variação Cs/Pt.....	60
Tabela 20. Tabela de Análise de Variância para a resposta % variação Cs/Pt.....	60

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Fluxograma dos processos de produção de caseína.....	9
Figura 2. Principais características dos processos que utilizam diferença de pressão como força motriz	14
Figura 3. Parte do fluxograma do processo em cascata para fracionamento das proteínas do leite.....	19
Figura 4. Esquema da unidade de MF.....	25
Figura 5. Composição, em base seca, da alimentação e dos concentrados de caseína durante a microfiltração/diafiltração a 5,5 m/s e pressão transmembrana de 280 kPa.....	36
Figura 6. Porcentagem de variação dos componentes da alimentação e dos concentrados de caseína durante a microfiltração a 5,5 m/s e pressão transmembrana de 280 kPa.....	34
Figura 7. Composição, em base seca, da alimentação e dos concentrados de caseína durante a microfiltração a 1,9 m/s e pressão transmembrana de 200 kPa.....	37
Figura 8. Porcentagem de variação dos componentes da alimentação e dos concentrados de caseína durante a microfiltração a 1,9 m/s e pressão transmembrana de 200 kPa.....	37
Figura 9. Superfície de contorno para a % variação G em função da velocidade tangencial e da pressão transmembrana.....	41
Figura 10. Porcentagem de variação de Cs/Pt <i>versus</i> razão fluxo/tensão de cisalhamento, a FC = 4.....	44
Figura 11. Curvas de fluxo de permeado em função do tempo durante a microfiltração, até FC = 4.....	46
Figura 12. Curvas de fluxo de permeado em função do fator de concentração durante a microfiltração, até FC = 4.....	47
Figura 13. Curvas de fluxo de permeado em função do tempo durante a microfiltração, incluindo os 4 ciclos de diafiltração.....	49
Figura 14. Efeito da velocidade no fluxo de permeado, sob pressão transmembrana de 200 kPa, até FC 4.....	51
Figura 15. Efeito da pressão transmembrana no fluxo de permeado, a velocidade tangencial de 5,5 m/s, até FC 4.....	52
Figura 16. Superfície de resposta, em 3D, para a resposta fluxo de permeado global em função da velocidade tangencial e da pressão transmembrana.....	58
Figura 17. Superfície de contorno, para a resposta fluxo de permeado global em função da velocidade tangencial e da pressão transmembrana.....	58
Figura 18. Superfície de resposta, em 3D, para a resposta % variação Cs/Pt em função da velocidade tangencial e da pressão transmembrana.....	61

- Figura 19.** Superfície de contorno para a resposta % variação Cs/Pt em função da velocidade tangencial e da pressão transmembrana..... 61
- Figura 20.** Efeito médio da velocidade tangencial e da pressão transmembrana na porcentagem de variação de Cs/Pt..... 62

NOMENCLATURA

CD	- Ciclo de diafiltração
Cs	- Caseína
FC	- Fator de concentração
G	- Gordura
J	- Fluxo de permeado global (kg/h.m ²)
J _f	- Fluxo de permeado final (kg/h.m ²)
J _p	- Fluxo de permeado (kg/h.m ²)
MF	- Microfiltração
NNC	- Nitrogênio não caseíco
NNP	- Nitrogênio não protéico
NT	- Nitrogênio total
P	- Pressão transmembrana (kPa)
PS	- Proteínas do soro
Pt	- Proteína
ST	- Sólidos totais
v	- Velocidade tangencial (m/s)

Letras gregas

τ_w	- Tensão de cisalhamento (Pa)
----------	-------------------------------

RESUMO

O processo de fracionamento das proteínas do leite por membranas, em comparação aos processos físico-químicos convencionais, resulta em frações de proteínas na forma nativa, garantindo as suas propriedades funcionais e consequentemente sua aplicação como ingrediente na indústria de alimentos. A caseína e as proteínas do soro apresentam propriedades funcionais tais como geleificação, emulsificação, capacidade de retenção de água e capacidade de formação de espuma, e quando isoladas podem encontrar um grande número de aplicações.

Leite em pó desnatado foi reconstituído, à temperatura de 50°C, microfiltrado a fator de concentração (FC) 4 e diafiltrado, por 4 ciclos em uma unidade piloto, utilizando uma membrana cerâmica de alumina de 19 canais, Membralox, com diâmetro de poro de 0,1 μm e 0,24 m^2 de área de permeação, resultando em produtos com cerca de 85% de caseína, em base seca. Amostras da alimentação, do retentado a FC 2 e 4 e do produto diafiltrado a 2 e 4 ciclos de diafiltração (CD) foram tomadas para análise de composição química. Através de planejamento experimental, variando as condições operacionais de pressão transmembrana na faixa de 90 a 310 kPa e de velocidade tangencial na faixa de 1,9 a 6,1 m/s, foi possível verificar o efeito combinado destes parâmetros sobre a porcentagem de variação, em relação à alimentação, da razão entre a caseína e a proteína (Cs/Pt) e sobre o fluxo de permeado global.

Foi possível verificar que o aumento da velocidade tangencial e da pressão transmembrana levaram a um aumento da concentração de caseína, em relação ao valor inicial, e que a relação Cs/Pt à FC 4 e/ou CD4 também aumentou. Além disso, o aumento da velocidade tangencial melhorou sensivelmente o fluxo de permeado, sendo que a 6,1 m/s foi obtido o maior fluxo de permeado global (110 kg/h.m^2), na etapa de concentração. Já para velocidade de 5,5 m/s e pressão transmembrana de 280 kPa foi obtido o produto com maior teor de caseína, sendo a relação Cs/Pt de 0,975.

Verificou-se ainda que durante a concentração houve um declínio contínuo do fluxo de permeado e na diafiltração houve aumento do fluxo de permeado e redução dos componentes de menor massa molecular, como a lactose e proteínas do soro, com o aumento do número de ciclos de diafiltração.

SUMMARY

Fractionation of milk proteins by membrane technology, in comparison with a conventional physico-chemical process, results in proteins in native state, which maintain their functional properties and consequently permit their application as ingredients in the food industry. Casein and whey proteins have functional properties like gelling, binding of water, emulsifying, overrun and foaming stability, and when isolated can serve in a wide range of applications.

Skim milk powder was reconstituted at a temperature of 50°C, microfiltrated to concentration factor (CF) of 4 and diafiltrated in a pilot with four repetitions, using a ceramic membrane of alumina, with a 19 channels, Membralox, pore size 0.1 μm and a permeation area of 0.24 m^2 , resulting in products with approximately 85% of casein on a dry basis. Samples of the feed, retentates at CF 2 and CF 4, and diafiltrated products of the 2nd and 4th cycle of diafiltration (CD) were taken to chemical analyses. Using the method of experimental design and varying the experimental preconditions like transmembrane pressure (90 to 310 kPa) and tangential flow velocity (1.9 to 6.1 m/s), it was possible to verify the correlated effect of them on percentage of variation of casein/protein ratio (C_s/P_t) and on average permeate flux.

It was possible to prove that an increase of tangential flow velocity and transmembrane pressure results in an increase of the concentration of casein in comparison with initial quantities, and further that the relation C_s/P_t , at CF 4 and/or CD 4 increased, too. Moreover, the increase of tangential flow velocity improved the average permeate flux. The bigger average permeate flux (110 kg/h.m^2) during the concentration was obtained using the velocity of 6.1 m/s. However, the product more concentrated in casein was obtained using the velocity of 5.5 m/s and a transmembrane pressure of 280 kPa.

During the concentration by microfiltration, there was a gradual decline of the permeate flux. During the diafiltration, the permeate flux increased and the components with lower molecular mass decreased with the growing number of diafiltration cycles.

I. INTRODUÇÃO

As proteínas do leite são reconhecidas por sua excelente digestibilidade e qualidade nutricional. A caseína e as proteínas do soro têm várias propriedades funcionais e podem ser melhor utilizadas nas suas formas isoladas. Isto explica a tendência para o refino/isolamento das proteínas do leite para uso em produtos alimentícios formulados.

Caseínas, caseinatos e co-precipitados de proteína são fabricados a partir de leite desnatado por uma variedade de processos. Caseína ácida é produzida pela precipitação isoeletrica da caseína total a pH 4,6 - 4,7, recuperando a massa por centrifugação, seguida de lavagem e secagem. Caseína enzimática é produzida pelo tratamento do leite desnatado com coagulante para precipitar as micelas de caseína, assim como na fabricação de queijo; o coágulo é dessorado, lavado e seco (MORR, 1984).

A crescente preocupação com o problema energético, a busca de novos produtos alimentícios de melhor qualidade e a valorização de seus subprodutos, vêm privilegiando o surgimento de processos alternativos de fracionamento e concentração não convencionais. Dentre estes processos, destacam-se os de separação por membranas. Tendo em vista que nos processos físico-químicos as proteínas, geralmente, são modificadas, resultando em perdas quanto às suas propriedades funcionais e nutricionais, os processos que usam membranas têm se mostrado uma excelente alternativa para obtenção das proteínas na sua forma nativa.

Pesquisas recentes mostram que a caseína pode ser obtida através do processo de microfiltração de leite desnatado, tratado ou não termicamente. Segundo JOST & JELEN (1997) membranas com diâmetro de poro entre 0,1 a 0,2 μm retêm micelas de caseína de leite desnatado ou integral, enquanto proteínas de soro passam para o permeado. O grau de pureza das proteínas de mais de 85%, no retentado, pode ser obtido, combinando microfiltração/diafiltração.

O maior objetivo de qualquer processo de membrana é permitir uma separação seletiva dos componentes da alimentação a máximas taxas de fluxo, para que o processo seja eficiente e economicamente viável.

Dessa forma, esse trabalho visou estudar a influência das condições operacionais, velocidade tangencial e pressão transmembrana, no fracionamento da caseína das proteínas do soro, pela microfiltração/diafiltração de leite desnatado.

A metodologia de Planejamento Experimental e de Superfície de Resposta foi aplicada para verificar o efeito combinado da velocidade tangencial e da pressão transmembrana sobre o desempenho do processo, ou seja, sobre a porcentagem de variação da relação caseína/proteína Cs/Pt e sobre o fluxo de permeado.

II. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

II.1. Caseína

II.1.1. Introdução

O leite contém, em média, 13 % de sólidos, que inclui: gordura, proteínas, lactose e sais minerais. O teor de proteína total é de aproximadamente 3,5 % (m/v). As proteínas podem ser divididas em duas categorias principais, baseadas na solubilidade a pH 4,6 e a temperatura maior que aproximadamente 8°C: caseínas e proteínas do soro (Tabela 1).

Tabela 1. Proteínas do leite

<i>Proteína</i>	<i>% das proteínas do leite</i>
<i>Caseínas</i>	<i>75 – 85</i>
α_S -caseínas (α_{S1} e α_{S2})	45 – 55
β -caseína	23 – 35
κ -caseína	8 – 15
<i>Proteínas do soro</i>	<i>15 – 22</i>
β -lactoglobulina	7 – 12
α -lactoalbumina	2 – 5
ASB (albumina de soro bovino)	0,7 – 1,3
Imunoglobulinas	1,9 – 3,3
Protease peptonas	2 – 6

Fonte: EVANS (1982)

As características das caseínas e das proteínas do soro diferem significativamente (Tabela 2), sendo algumas dessas diferenças aproveitadas industrialmente para promover a separação entre elas.

Devido ao seu valor nutricional e funcional, as proteínas do leite são usadas como valiosos ingredientes alimentícios. Essas proteínas “aprisionam” e emulsificam gordura, retêm água e estabilizam espuma, contribuindo assim para a estabilidade do produto e aparência sensorial (MULVIHILL, 1992).

Tabela 2. Principais diferenças entre a caseína (Cs) e as proteínas do soro (PS)

<i>Característica</i>	<i>Cs</i>	<i>PS</i>
Solubilidade a pH 4,6	não	sim
Coagulação enzimática	sim	não
Estabilidade térmica	alta	baixa
Massa molecular	micelas: $\sim 10^8$	$\sim 1,5 - 7,0 \times 10^4$

Fonte: MULVIHILL (1992)

A maioria das caseínas está presente, no leite, como agregado micelar. Segundo o modelo de Walstra (WALSTRA, 1990) as micelas são formadas por submicelas, aproximadamente esféricas, agregando várias moléculas de caseína, com a seguinte relação: $\alpha_{s1} : \alpha_{s2} : (\beta + \gamma) : \kappa = 4 : 1 : 4 : 1,3$, mantidas unidas por interações hidrofóbicas e pontes salinas. Fosfato de cálcio amorfo liga as submicelas entre si; grupos ésteres de fosfatos formam parte desse fosfato coloidal.

II.1.2. Produção de caseína

A caseína vem sendo produzida comercialmente por no mínimo 70 anos. Inicialmente, era utilizada para aplicações industriais, como por exemplo, na indústria de cola e fibras sintéticas. Atualmente, a caseína produzida por coagulação ácida ou enzimática, é a principal fonte de proteína alimentar funcional, com uma produção anual de, aproximadamente, 250.000 toneladas (MULVIHILL, 1992; International Dairy Federation, 1998).

O primeiro passo no isolamento da fração caseína do leite é remover a gordura, por centrifugação. O uso de leite desnatado assegura que o conteúdo de gordura na caseína seja baixo o suficiente para minimizar o defeito de sabor, provocado pela deterioração dos lipídeos no produto seco. Após a desestabilização, a caseína insolúvel é separada das proteínas do soro solúveis, lactose e sais, lavada para remover sólidos solúveis residuais e, então, seca. Na Figura 1 tem-se um fluxograma geral dos processos de produção de caseína.



Figura 1. Fluxograma dos processos de produção de caseína (MULVIHILL, 1992)

Segundo MULVIHILL (1992) e SOUTHWARD (1994) os quatro métodos são usados para desestabilizar a caseína:

- precipitação pelo abaixamento do pH do leite até seu ponto isoelétrico, isto é, aproximadamente, a pH 4,6, por adição de ácido, usualmente HCl diluído, no leite pré-aquecido (25 – 30°C). Vapor é injetado, no leite acidificado, até a temperatura de precipitação (50°C);
- precipitação pelo abaixamento do pH através da inoculação do leite, a 22 – 26°C, com culturas lácticas. Durante o período de incubação (14 – 16 h), as culturas vão fermentar a lactose, produzindo ácido láctico;
- o pH do leite também pode ser reduzido até o ponto isoelétrico da caseína misturando-o, a temperatura abaixo de 10°C, com uma resina de troca iônica, até pH 2,2. O leite acidificado é, então, misturado com leite não tratado para dar o pH de precipitação (~ 4,6). A mistura é aquecida até a temperatura de coagulação. Este método não tem sido aplicado comercialmente;
- coagulação do leite (pH ~6,7) pela adição de coagulantes, a 31°C, de maneira similar à fabricação de queijos. Quando a coagulação atinge o estágio desejado, o gel é bombeado para um tanque de cozimento, onde vapor é injetado para elevar a temperatura a 50 – 55°C.

Após a desestabilização da caseína, o coágulo é separado do soro. A eficiência da etapa de dessoragem, da operação de lavagem e a qualidade da caseína final produzida, dependem do pH e temperatura de precipitação e do equipamento usado em cada operação.

Durante a etapa de lavagem, constituintes residuais do soro (lactose, proteínas do soro e sais) e ácido são removidos da massa dessorada, até um certo limite, pela lavagem da superfície dos grãos e, numa extensão muito maior, pela difusão através dos grãos. Sistemas de lavagem usados incluem sistemas multi-estágio em contra-corrente e torres de lavagem em contra-corrente, onde a massa cai através de uma coluna de água ascendente.

Quando a lavagem está completa, a massa de caseína é, mecanicamente, desidratada para produzir uma massa com o mínimo de umidade, para minimizar a quantidade de água a ser evaporada e, assim, reduzir o gasto com energia durante a secagem. Desidratadores mecânicos incluem rolos, extrusores e centrífugas.

Para se produzir uma caseína estável, com vida de prateleira longa, a caseína é seca a teor de umidade abaixo de 12%. Os tipos de secadores tradicionalmente usados são leitos vibratórios semi-fluidizados, por onde a massa de caseína passa, enquanto ar quente é forçado através das perfurações do leito. Caseína seca está relativamente quente ao sair do secador e o teor de umidade das partículas varia. Portanto, é necessário misturar o produto seco para conseguir um produto final com teor de umidade uniforme. Isto é feito por circulação pneumática das partículas em câmaras de espera. Em seguida, a caseína vai para tambores ou moinhos para produzir partículas de tamanho reduzido.

A caseína é insolúvel em água. Entretanto, se dissolvida, sob determinadas condições alcalinas, resulta em caseinatos solúveis em água, que podem ser secos. Caseinato de sódio é, usualmente, preparado por solubilização da caseína ácida com hidróxido de sódio, sendo o produto mais usado em alimentos (MULVIHILL, 1992).

Segundo MULVIHILL (1992) as operações envolvidas na fabricação do caseinato, normalmente, são as seguintes:

- coágulo de caseína é picado e misturado com água a 40°C para dar um teor de sólidos de, aproximadamente, 25%;
- hidróxido de sódio (2,5 M), à temperatura menor que 45°C, é adicionado à massa de caseína, que vai para um moinho, para dar um caseinato com pH final de 6,6 a 6,8;
- a mistura é transferida para um tanque, agitada vigorosamente e aquecida, para promover a solubilização. A massa é recirculada e/ou transferida para um segundo tanque, onde a solubilização se completa elevando a temperatura da solução para 75°C;

- a solução de caseinato passa por um trocador de calor para aumentar a temperatura até 95°C, antes de seguir para o *spray-drier*, para ser seca.

Caseinato de cálcio é preparado de maneira semelhante ao caseinato de sódio, substituindo o hidróxido de sódio por hidróxido de cálcio.

II. 1.3. Aplicações da caseína

A história do uso e as aplicações industriais da caseína e caseinatos são descritos por SOUTHWARD (1989, 1994). As principais aplicações, não envolvendo o setor alimentício são, por exemplo, cola, filme, tintas, cobertura de papéis, indústria de couro, produtos de borracha, fibras têxteis e plásticos. Já a caseína e os caseinatos comestíveis são empregados em ração para animais e em alimentos, tais como: produtos assados (biscoitos, pães, bolos), bebidas (lácteas e não-lácteas), queijos processados, produtos para confeitaria (marshmallow, base para pudim), indústria de chocolates, produtos fermentados (iogurte, creme fermentado), sobremesas (mousse, sorvete, merengues), pastas, sopas, cereais matinais, produtos cárneos (embutidos) (EVANS, 1982; MULVIHILL, 1992; SOBRINHO, 1937; SOUTHWARD, 1989, 1994). Caseína e seus derivados também possuem uma série de aplicações farmacêuticas e medicinais, em produtos dietéticos e alimentos para crianças.

A caseína micelar (caseína obtida através da microfiltração de leite desnatado) pode ser utilizada na produção de peptídeos biologicamente ativos, tais como β -casomorfina, fosfopeptídeos e peptídeos envolvidos na imunomodulação (FITZGERALD, 1998; PAQUIN, 1998; SMITHERS, 1991; SOUTHWARD, 1994; VUILLEMARD *et al*, 1989). Segundo SABOYA & MAUBOIS (2000) a caseína micelar contribui na melhoria do rendimento durante a produção de queijos e diminuição de perda de soro. A remoção parcial das proteínas do soro, pela microfiltração, reduz o efeito do tratamento térmico na habilidade do leite de coagular enzimaticamente, pois diminui a extensão de formação do complexo κ -caseína/ β -lactoglobulina. Isso produz um aumento da firmeza e rigidez da rede protéica e uma coagulação levemente mais rápida (GAREM *et al*, 2000; SABOYA & MAUBOIS, 2000).

II.2. Fundamentos do Processo de Microfiltração

II.2.1 Processos de membrana

Processos com membrana, para os quais a diferença de pressão é a força motriz, têm sido utilizados para concentrar, fracionar e purificar soluções diluídas (HABERT *et al*, 1997). Basicamente, uma solução contendo um ou mais solutos escoia tangencialmente sobre uma membrana semi-permeável, sob pressão, onde o solvente e os solutos com tamanho menor que os poros da membrana passam através dela e são recolhidos como permeado, enquanto as partículas maiores são retidas pela membrana e recolhidas numa solução denominada retentado ou concentrado (VIOTTO, 1993).

Em função da natureza, do tipo de soluto, da presença ou não de partículas em suspensão, é possível o emprego de membranas com diferentes tamanhos e distribuição de poros, caracterizando os processos conhecidos como: Microfiltração, Ultrafiltração, Osmose Inversa ou Hiperfiltração e Nanofiltração (HABERT *et al*, 1997). A Figura 2 esquematiza as diferenças entre os processos de membrana.

A principal vantagem da filtração por membrana é que se trata de um processo termicamente suave e puramente mecânico. Isto significa que o processo não tem um impacto negativo nas propriedades funcionais e nutricionais do produto, que é frequente quando o leite é exposto a tratamento térmico (OSTERLAND, 1998).

A microfiltração é o processo de separação com membranas mais próximo da filtração clássica. Utiliza membranas, com poros na faixa entre 0,1 e 10 μm e é indicada para retenção de materiais em suspensão e emulsão. Como as membranas de microfiltração são relativamente abertas, as pressões transmembrana empregadas como força motriz para o transporte são pequenas, não ultrapassando 3 bar (HABERT *et al*, 1997).

A microfiltração oferece uma alternativa bastante atrativa a um número considerável de operações unitárias no processamento de produtos químicos, farmacêuticos e de alimentos.

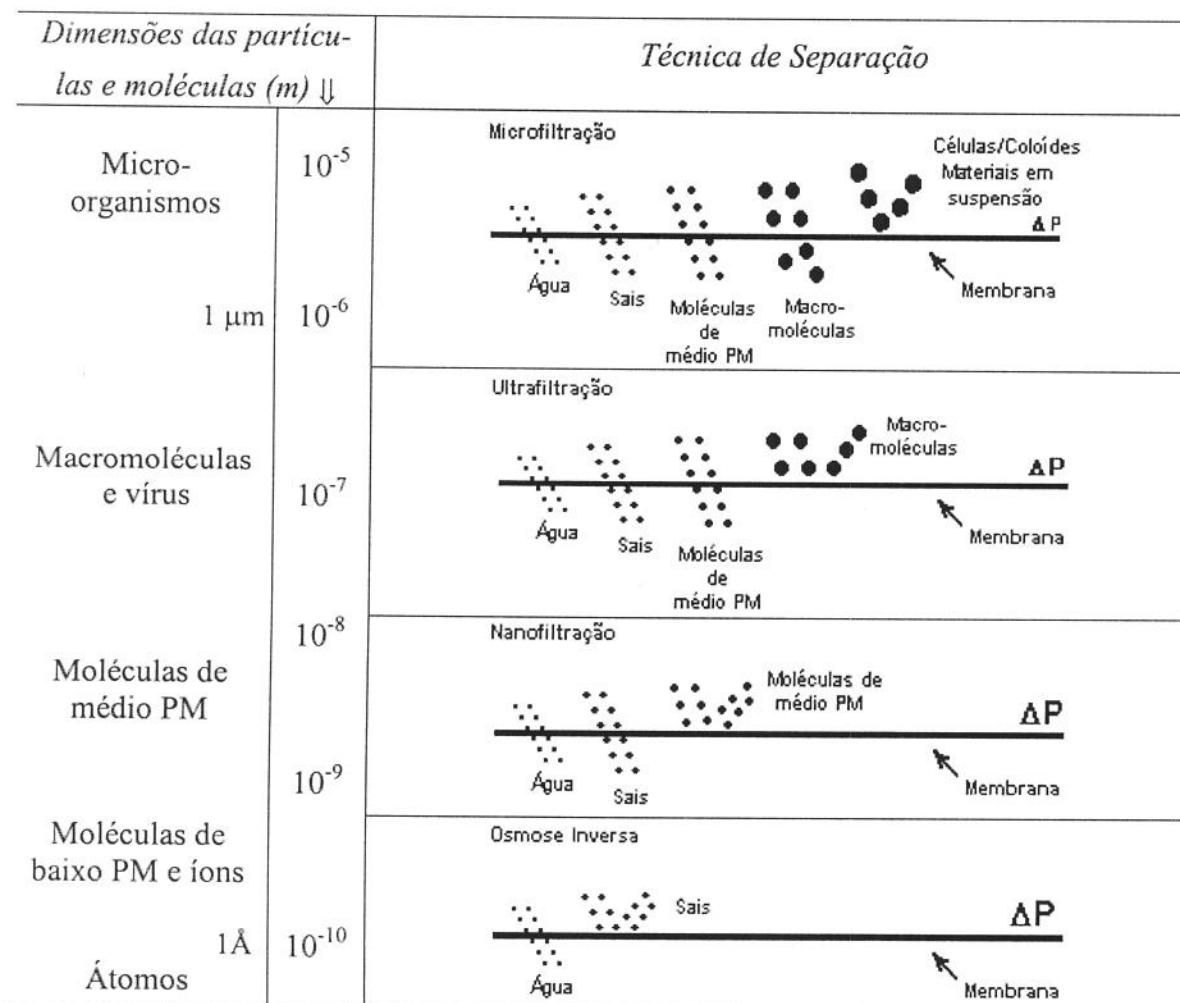


Figura 2. Principais características dos processos que utilizam diferença de pressão como força motriz (HABERT *et al*, 1997)

O fluxo de permeado é uma variável crítica na determinação da eficiência do processo de microfiltração, sendo desejável a máxima taxa de permeação com o mínimo de consumo de energia. O declínio do fluxo de permeado em função do tempo de processamento de uma solução multicomponente, quando comparado com água pura, pode estar associado a fenômenos como a camada gel polarizada na membrana e o “fouling”. A polarização da concentração é o aumento da concentração de soluto na interface membrana/solução, como resultado da rejeição desse soluto pela membrana. Existe um equilíbrio dinâmico entre a concentração do soluto na solução e na interface membrana/solução, que é afetado pela transferência de massa na superfície da membrana. O fenômeno da polarização da concentração é reversível e se estabelece rapidamente,

podendo provocar uma queda inicial acentuada de fluxo de permeado (HABERT *et al*, 1997, MARSHALL & DAUFIN, 1995). Como resultado do aumento da concentração dos solutos rejeitados pela membrana com o tempo, esses componentes podem se depositar ou adsorver na superfície ou nos poros da membrana. A este conjunto de fenômenos, em sua maioria irreversíveis, denomina-se “fouling”.

Segundo CHERYAN (1986), os quatro principais parâmetros operacionais que afetam o fluxo de permeado são: pressão, concentração da alimentação, temperatura e velocidade de alimentação.

Um aumento na pressão transmembrana, definida como sendo o gradiente de pressão entre o lado do retentado e o lado do permeado, inicialmente, produz um aumento no fluxo, entretanto, a permeação seletiva da membrana e a formação de uma camada gel polarizada causam a retenção de soluto na superfície da membrana, diminuindo o fluxo de permeado (RENNER & ABD EL-SALAM, 1991).

O aumento da temperatura promove um maior fluxo de permeado, o que pode ser atribuído à: redução na viscosidade da solução, aumento da difusividade do soluto e mudança nas interações membrana-soluto (RENNER & ABD EL-SALAM, 1991). Temperaturas na faixa de 50-55°C são relativamente seguras tanto para as proteínas (não promovem sua desnaturação) quanto para as membranas e têm sido extensivamente usadas na ultrafiltração de leite e soro (POMPEI *et al*, 1973; KESSLER, 1997).

O aumento da velocidade de alimentação aumenta a taxa de permeação, por provocar maior turbulência. A agitação da mistura do fluido próxima à superfície da membrana arrasta os sólidos acumulados, reduzindo a espessura da camada gel polarizada (VIOTTO, 1993).

O grau de concentração é limitado pelo aumento da viscosidade do retentado. Uma forma de facilitar e otimizar a separação de proteínas do soro, sais e lactose e elevar a proporção de caseína no retentado é adicionar água de forma contínua ao retentado, à medida que este circula pelo sistema de microfiltração. Neste caso, o processo é chamado de diafiltração. A diafiltração promove a “lavagem” das proteínas do soro, lactose e sais

minerais e permite, no caso da obtenção de concentrado de caseína, estabelecer uma proporção caseína/proteína mais elevada.

II. 2.2. Aplicação da microfiltração na indústria de laticínios

A faixa de tamanho de partículas que pode ser separada pelo processo de microfiltração varia de abaixo de 0,1 μm até, aproximadamente, 10 μm . Assim, para a indústria de laticínios a aplicabilidade da microfiltração, teoricamente, inclui partículas coloidais e globulares, tais como micelas de caseína, agregados de proteínas do soro e glóbulos de gordura, bem como materiais unicelulares de origem biológica, tais como células somáticas, bactérias e outros microorganismos (BIRD, 1996; JOST & JELEN, 1997). A Tabela 3 indica o tamanho dos componentes do leite, que podem ser separados pelos processos de membrana.

Tabela 3. Tamanho dos constituintes do leite e de bactérias

Componente	Diâmetro (nm)
Água	0,3
Sais: Cl^- , Ca^{++}	0,4
Lactose	0,8
Proteínas do soro	3 – 5
Micelas de caseína	25 – 300
Glóbulos de gordura	100 – 2000
Bactérias	200 – 8000

Fonte: DAUFIN & MERIN (1995)

A microfiltração tem, atualmente, várias aplicações (HORTON, 1997; JOST & JELEN, 1997; MAUBOIS, 1997, SABOYA & MAUBOIS, 2000) e promete um grande avanço nesta área. As principais aplicações são:

- Separação de células somáticas (MAUBOIS, 1997);
- Remoção de microorganismos (bactérias, termodúricos e esporos), com o objetivo de: aumentar a vida de prateleira do leite fluido, “pasteurização a frio” de soro (evitando a

desnaturação das proteínas), produzir queijos com risco mínimo de estufamento (BIRD, 1996; KELEY & TUOHY, 1997; MADEC *et al*, 1992; MAUBOIS, 1997);

- Padronização de proteínas de produtos lácteos (BURGESS, 1997; HARDHAM, 1998; PUHAN, 1996);
- Remoção de gordura de produtos lácteos: *buttermilk*, leite desnatado e soro (a ser processado como concentrado protéico de soro) (BIRD, 1996; SUREL & FAMELART, 1995);
- Fracionamento das proteínas do leite, em micelas de caseína e proteínas do soro; em frações de caseína e em frações de proteínas do soro (MAUBOIS *et al*, 1987; PEARCE, 1996; ROSENBERG, 1995; TURGEON, 1995).

II.2.3. Separação de caseína

Os métodos tradicionais de fabricação de caseína promovem alterações químicas irreversíveis na estrutura natural da micela de caseína, através da acidificação ou modificação enzimática, a fim de facilitar a separação das proteínas de caseína coaguladas dos constituintes do soro (SMITHERS, 1991). Além disso, tais processos envolvem a manipulação de produtos químicos perigosos, produção de soro ácido, obtenção de um produto de baixo valor e perdas de caseína como partículas finas no soro (BRULE *et al*, 1978).

BRULE *et al* (1978) propuseram um processo alternativo para produção de caseína, na forma nativa, combinando ultrafiltração, ultracentrifugação e, ou diafiltração do retentado da ultrafiltração, ou lavagem do sedimento da ultracentrifuga, seguido de uma segunda ultracentrifugação. Muitos resultados promissores foram obtidos em escala laboratorial, entretanto, segundo MAUBOIS (1986) os fabricantes de equipamentos foram incapazes de construir a ultracentrífuga contínua industrial requerida.

A comercialização de membranas de microfiltração permitiram o seu uso no fracionamento de proteínas. A microfiltração, em uma membrana de diâmetro de poro de

0,2 μm , de leite desnatado, permite a separação de dois líquidos: um microfiltrado desnatado, contendo grande parte das proteínas de soro, e um retentado, rico em caseína micelar. A diafiltração desse retentado dá um produto constituído, principalmente, por fosfocaseinato de cálcio nativo. O microfiltrado é uma nova matéria-prima, facilmente, utilizada pela indústria de soro (FAUQUANT *et al.*, 1988).

Segundo JOST & JELEN (1997) membranas com diâmetro de poro entre 0,1 a 0,2 μm retêm micelas de caseína de leite desnatado ou integral, enquanto proteínas de soro passam para o permeado. Usando diafiltração, o conteúdo de proteínas do soro pode ser reduzido até menos de 3% da proteína total. O grau de pureza das proteínas de mais de 85%, no retentado, pode ser obtido combinando microfiltração/diafiltração.

A Tabela 4 mostra as condições experimentais e resultados obtidos por diversos autores na separação e concentração de caseína através da microfiltração, a partir de leite submetido a diversos tratamentos e utilizando ou não a diafiltração.

Concentrados de caseína com relação Cs/Pt acima de 0,90 foram obtidos utilizando membranas cerâmicas com diâmetro de poro de 0,05; 0,1; 0,14 ou 0,2 μm . Em geral, a concentração foi conduzida a até fator de concentração 3 ou 4 e, em seguida, foi feita a diafiltração.

Alguns sistemas operam a pressão transmembrana uniforme (PTU), que é conseguida fazendo-se a recirculação de permeado. O conceito de pressão transmembrana uniforme foi introduzido por SANDBLOM (citado por KERSTEN & HINRICHS, 2000; LE BERRE & DAUFIN, 1998 e SABOYA & MAUBOIS, 2000) e permite operar o sistema a alta diferença de pressão no retentado, em função de altas velocidades tangenciais e, através da recirculação de permeado garante-se pressão transmembrana baixa e uniforme. Entretanto, segundo MARSHALL *et al.* (1996) e POULIOT *et al.* (1996) para que o sistema operado a PTU possa ser aplicado com sucesso industrialmente é requerido um controle muito cuidadoso e acurado das condições hidrodinâmicas. E, em poucos casos, o seu emprego pode ser justificado economicamente.

O fluxo de permeado vai depender principalmente das condições de operação (velocidade tangencial, pressão transmembrana, diferença de pressão no retentado) de cada sistema. Na Tabela 4 observa-se valores de fluxos de permeado inicial de 18 a 214 l/h.m².

VIOTTO (1997) utilizou o processo de ultrafiltração, em combinação com microfiltração para fracionar as proteínas do leite. Leite cru desnatado foi passado por uma membrana de microfiltração, com diâmetro de poro de 0,8 µm, para uma maior separação de gordura. O permeado obtido, leite com baixo teor de gordura, foi utilizado na etapa seguinte, de ultrafiltração. Nesta etapa, fez-se a concentração e diafiltração das micelas de caseína, usando uma membrana cerâmica, com diâmetro de poro de 0,05 µm. O retentado foi, então, seco em um secador por atomização. A esse processo denominou-se processo cascata (Figura 3). A caseína assim obtida, em função das condições operacionais, continha um teor de caseína entre 33,24 e 72,91 % e, quando comparada a uma amostra comercial de caseinato de sódio, apresentou desempenho semelhante ou melhor em relação às propriedades funcionais (solubilidade, capacidade de aceração e estabilidade de espuma).

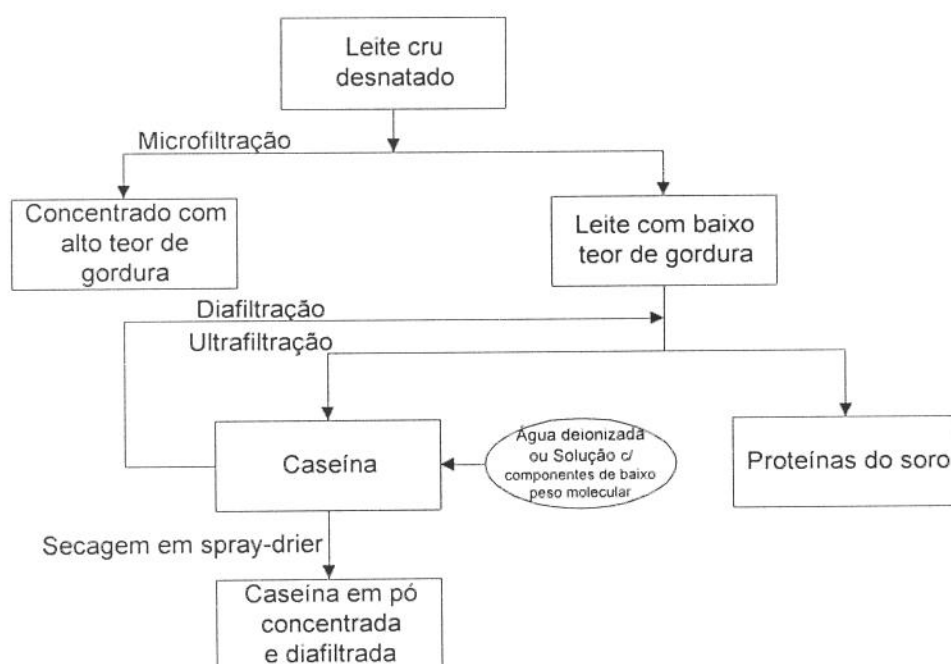


Figura 3. Parte do fluxograma do processo em cascata para fracionamento das proteínas do leite (VIOTTO, 1997)

Tabela 4. Condições experimentais de microfiltração de leite desnatado, em membranas cerâmicas, para obtenção de concentrado de caseína

<i>Autor(es)</i>	<i>Tratamento do leite desnatado</i>	<i>Membrana/diâmetro de poro</i>	<i>Condições de operação*</i>	<i>FC**</i>	<i>Diafiltração</i>	<i>Resultados***</i>
FAUQUANT <i>et al</i> (1988)	Pasteurização (72°C/15 s) pH = 6,6	Carbosep 0,2 µm	T = 50°C v = 6 m/s PTU P _{saída retentado} = 0,2 bar	3	Sim	Alimentação: Pt = 37,8 % Produto seco: Pt = 85 % Fluxo: 110 → 75 l/h.m ²
PIERRE <i>et al</i> (1992)	Microfiltração d _{poro} = 1,4 µm pH = 6,6	Membralox 0,2 µm	T = 50°C v = 8,3 m/s PTU P = 0,5 – 1,2 bar	3	Adição contínua; volume de água = 4x volume de retentado	A: Pt = 36,4%; Cs = 27,8% Conc.: Pt = 88,2%; Cs = 82,6% Cs/Pt = 0,94 Fluxo: 60 → 30 l/h.m ²
SCHUCK <i>et al</i> (1994)	Microfiltração d _{poro} = 1,4 µm pH = 6,6	Carbosep M14 0,14 µm	T = 50°C PTU P = 1,6 bar	2, 4 e 6	Não	A: Pt = 37,0%; Cs = 28,5 % Para FC = 6, produto seco: Pt = 71,8 %; Cs = 64,6 % Cs/Pt = 0,90
LE BERRE & DAUFIN (1996)	Pasteurização (63°C/15s)	Membralox 0,1 µm	T = 50°C v = 3,0 – 7,2 m/s P _{retentado} = 3,0 bar P = 0,05 – 0,2 bar	2	Não	Retenção: Cs = 0,996 Fluxo: 30 – 110 l/h.m ²
POULIOT <i>et al</i> (1996)	Não	Ceraflo 0,22 µm	T = 50°C v = 6,9 m/s P = 1,9 bar	3	Adição em batelada, por 3x; volume de água = volume de retentado	Produto seco: Cs/Pt = 0,92 Pt = 79,3 %; Cs = 72,9 % Fluxo = 180 → 90 l/h.m ²
JOST & JELEN (1997)	Microfiltração d _{poro} = 1,4 µm	Carbosep M14 0,14 µm	não mencionadas	3	V de água = 4 x volume de retentado	A: Cs/Pt = 0,82 Conc.: Cs/Pt = 0,96
SACHDEVA & BUCHHEIM (1997)	Não	Membralox 0,1 µm	T = 50°C v = 6 m/s PTU P = 0,55 - 1,8 bar	4	Adição em batelada, por 3x; volume de água = 2x volume de retentado	Pt = 68,06 - 83,59 %; Cs = 62,24 - 83,50 % Cs/Pt = 0,915 - 0,960 Fluxo (l/h.m ²): inicial = 62 - 214; final = 53 - 100
SAMUELSON <i>et al</i> (1997a)	Pasteurização (78°C/15 s) pH = 6,7	Membralox 0,1 µm	T = 55°C v = 8 m/s ΔP = 1,5 bar	3	Adição de permeado: volume = 1 ou 2x volume de retentado	Base úmida: A: Pt = 3,3% Conc.: Pt = 8,9%; Cs = 4,7%

Continuação da Tabela 4...

<i>Autor(es)</i>	<i>Tratamento do leite desnatado</i>	<i>Membrana/ diâ- metro de poro</i>	<i>Condições de operação*</i>	<i>FC</i>	<i>Diafiltração</i>	<i>Resultados**</i>
SAMUELSON <i>et al</i> (1997b)	Pasteurização (78°C/15 s) pH = 6,7	Carbosep M14 0,14 µm	T = 15 e 55°C v = 1,5 – 8 m/s ΔP ≈ 2 bar P = 0,1 – 2,0 bar	< 1,15	Não	Retenção (T = 55°C, v = 6 m/s e P = 1,2 bar): Pt = 84%; Cs = 26% Fluxo = f(v,P) = 18–145 l/h.m ²
VIOTTO (1997)	60°C/20 min Microfiltração d _{poro} = 0,8 µm	Membralox 0,05 µm	T = 50°C v = 4,8 – 5,4 m/s ΔP = 2,8 – 3,5 bar	4 e 6	Adição semi-continua, por 4 a 12x; volume de água ou solução = volume de retentado	A: Pt = 37%; Cs = 27,03% Produto seco - CCD7 (FC = 4, CD = 8) Pt = 81,86%; Cs = 74,19% Cs/Pt = 0,91 Fluxo (kg/h.m ²): inicial = 176 – 212; final = 35 – 107
JOST <i>et al</i> (1999)	Microfiltração d _{poro} = 1,4 µm	Carbosep M14 0,14 µm	T = 55°C	3	V de água = 6 x volume de retentado	Cs/Pt = 0,95
KELLY <i>et al</i> (2000)	(a) Desmineralização (b) Microfiltração (d _{poro} = 1,4 µm) e desmineralização	Membralox 0,1 µm	T = 50°C PTU ΔP = 2,4 bar (leite a) 2,25 bar (leite b) P = 0,3 bar	4	Adição em batelada, por 2x; volume de água = 1,4 volume de leite inicial	A: Pt = 43,41%; Cs = 26,96% Leite (a): Conc: Pt = 68,28 e Cs = 61,39% Fluxo: 140 – 147 l/h.m ² Leite (b): Conc: Pt = 61,91 e Cs = 52,85% Fluxo: 149 – 162 l/h.m ²
KERSTEN & HINRICHS (2000)	Pasteurização (74°C/20 s)	Membralox 0,1 µm	T = 55°C v = 3,5 – 7,5 m/s PTU P = 0,4 e ΔP = 0,6; 1,1, 1,5 bar ΔP = 1,5 e P = 0,4; 0,7; 1,1 bar	4	Não	Cs/Pt = 0,92 – 0,94 Fluxo (l/h.m ²): inicial = 75 – 95; final = 18 – 35

*PTU = pressão transmembrana uniforme; P = pressão transmembrana; ΔP = (pressão de entrada – pressão de saída) do retentado

** FC = fator de concentração = Volume de leite na alimentação/volume de retentado

*** Fluxo = fluxo de permeado (o símbolo → significa queda do fluxo); A = alimentação; Conc. = concentrado de caseína

II.3. Planejamento Experimental e Análise de Superfície de Resposta

A metodologia do Planejamento Experimental e Análise de Superfície de Resposta é uma ferramenta que possibilita avaliar o efeito das variáveis envolvidas num processo, bem como a interação entre elas na resposta, com um número reduzido de experimentos, em relação a análise univariável.

A Análise de Superfície de Resposta tem como base o método de planejamento fatorial e consiste num grupo de técnicas usadas para o estudo das relações entre uma ou mais respostas medidas analiticamente e um número de variáveis de entrada que possam ser controladas. Essas técnicas são usadas para elucidar as seguintes questões:

- como uma resposta é afetada sobre uma região de interesse por um dado conjunto de variáveis;
- quais conjuntos de variáveis resultarão num produto dentro das especificações desejadas;
- quais os valores das variáveis que levarão ao melhor valor para uma resposta específica (otimização) e como é a superfície de resposta próxima a este ponto.

Com os resultados obtidos do planejamento é possível calcular os efeitos principais e interação das variáveis sobre a resposta, determinar quais são os efeitos mais significativos e ajustar empiricamente um modelo correlacionando as variáveis e as respostas. Para avaliar se os modelos empíricos obtidos através de regressão multilinear ou não linear apresentam um grau de ajuste adequado aos dados experimentais, é necessário a realização de uma análise estatística (ANOVA), utilizando como parâmetros o coeficiente de correlação da regressão (r) e o valor estimado do teste F (MONTGOMERY, 1997).

Na literatura observa-se que os estudos de obtenção de caseína (FAUQUANT *et al*, 1988; PIERRE *et al*, 1992; SCHUCK *et al*, 1994; POULIOT *et al*, 1996; SAMUELSON *et al*, 1997a; SACHEDEVA & BUCHHEIM, 1997; VIOTTO, 1997) foi feita utilizando a técnica univariável, ou seja, a análise de uma variável por vez, mantendo-se as demais constantes. Sabe-se que esse procedimento desconsidera o efeito da interação entre as variáveis e pode conduzir a falhas na determinação da faixa ótima de resposta.

III. MATERIAIS E MÉTODOS

O trabalho foi desenvolvido no Laboratório e na Planta Piloto de Laticínios do Departamento de Tecnologia de Alimentos, Faculdade de Engenharia de Alimentos, da Universidade Estadual de Campinas (FEA/UNICAMP).

III.1 Fracionamento das proteínas do leite

Leite em pó desnatado, elaborado pela Sancer Coop. Unidas Ltda., gentilmente fornecido pela Kerry do Brasil Ltda., foi reconstituído na proporção de 1 kg de leite em pó para cada 10 kg de água deionizada, até 80 kg de leite. Um homogeneizador foi utilizado, a baixa rotação, para dissolver o pó.

Os experimentos foram realizados em uma unidade piloto de microfiltração, esquematizada na Figura 4. O procedimento completo para operação do sistema e realização dos experimentos está descrito no Anexo II.

A microfiltração foi realizada numa membrana cerâmica, sendo o suporte e a membrana constituídos de alumina (Al_2O_3), com diâmetro médio de poro de $0,1\ \mu\text{m}$, 19 canais, área de permeação de $0,241\ \text{m}^2$ e $1,02\ \text{m}$ de comprimento, marca Membralox®, da SCT (Société des Ceramiques Techniques).

O leite foi concentrado a fator de concentração quatro ($\text{FC} = 4$) e, em seguida, diafiltrado, em quatro ciclos de diafiltração. O fator de concentração (FC) é definido como sendo a razão entre a massa de leite da alimentação sobre a massa de retentado.

As condições experimentais foram: temperatura fixa de 50°C ; velocidade tangencial de $1,9 - 6,1\ \text{m/s}$ e pressão transmembrana de $90 - 310\ \text{kPa}$, de acordo com o planejamento experimental da Tabela 5.

As condições experimentais de pressão e velocidade foram determinadas mediante revisão da literatura, conforme apresentado na Tabela 4. Além disso foi considerado a

capacidade e as condições operacionais possíveis do sistema, determinadas após alguns testes preliminares.

A temperatura de 50°C representa um valor adequado a este processo, uma vez que não desnatura as proteínas do soro. Do ponto de vista do processo, possibilita a obtenção de um bom fluxo de permeado.

O equipamento foi operado em modo batelada, pela recirculação de retentado ao tanque de alimentação, até que o FC 4 fosse atingido. A diafiltração foi realizada com água deionizada, a 50°C, em modo semi-contínuo, sendo adicionado 1 kg de água para cada kg de permeado coletado.

As curvas de permeação foram construídas através do monitoramento do peso do permeado, em intervalos de tempo pré-determinados, através de uma balança semi-analítica.

A limpeza da membrana foi efetuada, logo após o processamento, segundo as especificações do fabricante e procedimentos adotados por GÉSAN *et al* (1996) e SABOYA & MAUBOIS (2000), com o propósito de recuperar a capacidade de permeação original, conforme descrito detalhadamente no Anexo III. Antes de cada experimento, a taxa de permeação da membrana foi checada com água deionizada. As condições padrão utilizadas para medidas do fluxo com água foram temperatura de 50°C, velocidade tangencial de 4,0 m/s e pressões transmembrana de 100, 200 e 300 kPa.

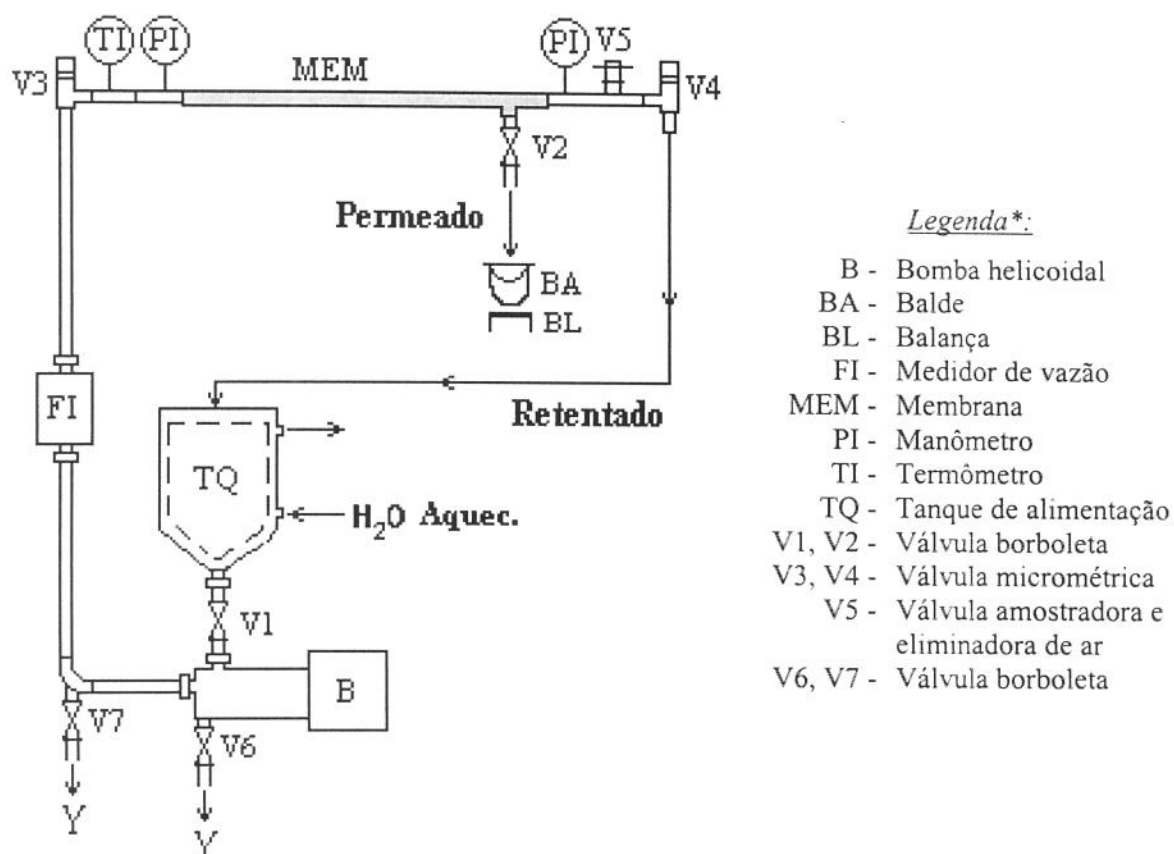


Figura 4. Esquema da unidade de MF

*Os componentes da unidade de MF estão descritos com maior detalhe no Anexo I

III.2. Planejamento Experimental

O delineamento experimental escolhido foi um planejamento central composto 2^2 , ou seja, dois fatores ou variáveis (velocidade tangencial e pressão transmembrana) e dois níveis para cada variável estudada, resultando em onze condições de operação, como mostra a Tabela 5. O nível inferior foi codificado como -1 e o nível superior como +1.

As variáveis resposta foram o fluxo de permeado e a porcentagem de variação da relação Cs/Pt.

Tabela 5. Matriz de experimentos

Número do experimento	Aleatorização	Níveis codificados		Níveis decodificados	
		v	P	v (m/s)	P (kPa)
1	1	-1	-1	2,5	120
2	6	1	-1	5,5	120
3	10	-1	1	2,5	280
4	2	1	1	5,5	280
5	3	-1,414	0	1,9	200
6	7	1,414	0	6,1	200
7	11	0	-1,414	4,0	90
8	4	0	1,414	4,0	310
9	5	0	0	4,0	200
10	8	0	0	4,0	200
11	9	0	0	4,0	200

O cálculo dos efeitos principais e das interações entre as variáveis foi feito segundo o procedimento descrito por MONTGOMERY (1997). Através dos experimentos no ponto central foi calculado o erro experimental do processo. O cálculo do modelo empírico para a otimização das condições de processo foi realizado segundo a metodologia de superfície de resposta (MONTGOMERY, 1997) e através do uso do software Statistica 5.0[®].

III.3. Métodos analíticos

Amostras da alimentação e de retentados a fator de concentração 2 e 4, e nos ciclos de diafiltração 2 e 4, foram recolhidas durante o procedimento experimental, para as análises de: sólidos totais, cinzas, gordura, nitrogênio total, nitrogênio não caseico, e nitrogênio não protéico. As determinações foram feitas em triplicata, segundo os métodos relacionados abaixo:

- Sólidos totais: em estufa à 105°C, método 925.23 (AOAC, 1995);
- Cinzas: em mufla, método 945.46 (AOAC, 1995);

- Gordura: pelo método de Mojonnier, método 989.05 (AOAC, 1995);
- Nitrogênio total (NT): pelo método de micro-Kjeldahal, método 991.20 (AOAC, 1995);
- Nitrogênio não caseico (NNC): pelo método de macro-Kjeldahl (FIL-IDF 29, 1964);
- Nitrogênio não protéico (NNP): pelo método de micro-Kjeldahal, método 991.21 (AOAC, 1995);
- pH: potenciômetro.

As porcentagens de proteínas e de lactose foram determinadas pelas seguintes equações:

$$\text{Proteína: } 6,38 * (\% \text{ NT} - \% \text{ NNP}) \quad (1)$$

$$\text{Caseína: } 6,38 * (\% \text{ NT} - \% \text{ NNC}) \quad (2)$$

$$\text{Proteínas do soro: } 6,38 * (\% \text{ NNC} - \% \text{ NNP}) \quad (3)$$

$$\text{Lactose: } 100 - (\% \text{ Cinzas} + \% \text{ Pt} + 6,38 * \% \text{ NNP} + \% \text{ G}) \quad (4)$$

III.4. Determinação do fluxo de permeado

O fluxo de permeado (J_p) foi obtido através da massa de permeado coletada em diversos intervalos de tempo, através da área de fluxo de permeado da membrana:

$$J_p = \frac{\Delta m}{\Delta t \cdot A} \quad (5)$$

onde: Δm = massa de permeado recolhida no intervalo de tempo (kg); Δt = intervalo de tempo (min); A = área de permeação da membrana (m^2).

As curvas de permeação foram construídas com os valores de J_p , em kg/h.m^2 .

O fluxo global, utilizado para a construção dos gráficos de superfície de resposta, foi calculado pela equação (CHERYAN, 1986):

$$J = J_f + 0,33 (J_i - J_f) \quad (6)$$

onde: J = fluxo global de permeado (kg/h.m^2); J_i = fluxo de permeado inicial (kg/h.m^2); J_f = fluxo de permeado no maior fator de concentração (kg/h.m^2).

III.5. Determinação da eficiência na concentração de caseína

A relação entre a diferença da porcentagem de um dado componente num dado FC e a porcentagem do componente na alimentação, dividida pela porcentagem do componente na alimentação é definida como a porcentagem de variação do componente durante a concentração. Em termos de equação tem-se:

$$\% \text{ variação componente} = \frac{\% X_{FC} - \% X_{\text{alimentação}}}{\% X_{\text{alimentação}}} \quad (7)$$

onde $\% X_{\text{alimentação}}$ = porcentagem do componente X na alimentação

$\% X_{FC}$ = porcentagem do componente X num dado FC

Para a relação Cs/Pt , tem-se:

$$\% \text{ variação} = \frac{\left(\frac{Cs}{Pt} \right)_{FC \text{ ou } CD} - \left(\frac{Cs}{Pt} \right)_{\text{alimentação}}}{\left(\frac{Cs}{Pt} \right)_{\text{alimentação}}} \quad (8)$$

Essa equação foi usada como uma das variáveis resposta para a análise estatística.

IV. RESULTADOS E DISCUSSÃO

IV.1. Análise da composição do concentrado de caseína durante o processo de concentração e diafiltração

A Tabela 6 apresenta os valores de composição média obtidos para o leite reconstituído, preparado pela adição de 1 kg de pó para cada 10 kg de água. A composição do leite desnatado reconstituído apresentou variações entre os experimentos. Os valores de pH e os dados de composição da Tabela 6 referem-se ao valor médio da matéria-prima preparada para os onze experimentos.

A Tabela 7 apresenta a composição centesimal da alimentação (A), dos concentrados a fator de concentração dois (C2) e quatro (C4) e dos concentrados diafiltrados a dois (CD2) e quatro (CD4) ciclos de diafiltração, para cada um dos processamentos.

Tabela 6. Composição centesimal média, em base seca, e pH, do leite reconstituído

<i>Componente</i>	<i>% do componente</i>
sólidos totais	$8,7 \pm 0,3$
cinzas	$7,4 \pm 0,8$
proteína	$33,4 \pm 0,8$
caseína	$29,9 \pm 0,9$
proteínas do soro	$3,5 \pm 0,4$
gordura	$2,1 \pm 0,2$
NNP	$0,34 \pm 0,04$
lactose	54,9
pH	$6,66 \pm 0,06$

Durante a microfiltração ocorreram mudanças na composição química devido à concentração de caseína, proteínas do soro e gordura. Basicamente houve a retenção dos componentes de elevada massa molecular e a permeação dos componentes de menor massa molecular pela membrana, conforme pode ser visto através das Figuras 5 a 8. Essas figuras apresentam os resultados obtidos através dos experimentos 4 e 5, que são os experimentos que resultaram em maior e menor porcentagem de variação da relação Cs/Pt, respectivamente. Nas Figuras 5 e 7 são apresentados os gráficos de composição centesimal dos componentes, enquanto que nas Figuras 6 e 8, são mostrados os respectivos gráficos da porcentagem de variação de cada componente.

O aumento da porcentagem de variação dos principais componentes durante a microfiltração/diafiltração, para os diversos experimentos, pode ser atribuída tanto às diferenças na composição inicial da alimentação quanto aos parâmetros de processo (velocidade tangencial e pressão transmembrana). Entretanto, os dados obtidos mostram em geral a mesma tendência de comportamento durante o processamento.

Os resultados mostram que com o decorrer da microfiltração e o aumento do fator de concentração, houve aumento relativo de sólidos totais, cinzas, caseína, proteínas do soro e gordura, enquanto que para outros componentes do leite, como o NNP e lactose, houve uma diminuição. Basicamente a caseína foi o componente que sofreu maior variação, aumentando, em média, de aproximadamente 30% (na alimentação) para cerca de 63% (a FC = 4).

Os componentes minerais e as proteínas do soro deveriam permear através da membrana durante a microfiltração. Entretanto observa-se que a concentração de cinzas e de proteínas do soro, em geral, aumentam com o fator de concentração, apesar de ser a um grau bem menor que o da caseína e da gordura, como mostram a Tabela 7 e as Figuras 5 e 7.

A permeabilidade de constituintes minerais do leite, durante a microfiltração ou ultrafiltração, depende da espécie do íon, das proteínas presentes, do pH e da temperatura. Certos íons são constituintes da fase micelar e dos glóbulos de gordura e/ou têm capacidade

de se ligar ou associar com proteínas, principalmente caseína, e gordura ou mesmo com a membrana (SUROWKA & CELEJ, 1996; VASILJEVIC & JELEN, 1999). Isso explica o aumento gradual observado para a concentração dos componentes minerais. Os resultados obtidos estão de acordo com os resultados mostrados por JOST & JELEN (1997). Estes autores apresentam a composição centesimal de retentados de leites desnatados obtidos por microfiltração/diafiltração em membranas cerâmicas (as condições operacionais e os tipos de membranas não foram especificados). A composição mineral dos retentados é rica em minerais da micela de caseína (cálcio e fósforo) e pobre em minerais do soro (potássio e sódio).

JOST *et al* (1999) e JOST & JELEN (1997) obtiveram resultados semelhantes em relação ao aumento da concentração das proteínas do soro durante a microfiltração de leite desnatado. Segundo estes autores, a natureza química da membrana e as condições operacionais da microfiltração são críticas para a retenção ou permeação de proteínas do soro. A formação de uma camada de micelas de caseína na superfície da membrana pode levar a reduzida permeabilidade das proteínas do soro. O uso de leite em pó como matéria-prima também pode ser uma das razões que expliquem esse comportamento, uma vez que para leite desnatado fresco ou pasteurizado a retenção de proteínas do soro não foi observada (JOST & JELEN, 1997). Fazendo-se a diafiltração do concentrado o conteúdo das proteínas de soro pode ser reduzido a ponto de que este represente menos de 3% da proteína total (JOST & JELEN, 1997). Além disso, um aumento relativo na presença das proteínas do soro ocorre devido à redução dos componentes de menor massa molecular, em particular a lactose e o NNP.

Fracionamento da gordura foi observado dependendo da condição experimental utilizada. Glóbulos de menor diâmetro permearam através da membrana e glóbulos de diâmetro maior que o diâmetro dos poros da membrana foram retidos. Em termos absolutos, a gordura foi reduzida no fator de concentração dois, para os experimentos 5, 6 e 8 e do fator de concentração dois para o quatro, para os experimentos 2, 7 e 10.

Os experimentos 1, 3 e 5 foram conduzidos somente até o $FC = 4$, pois o fluxo de permeado a este FC apresentou valores de 21,16; 15,33 e 18,08 kg/h.m², respectivamente, tornando inviável a continuação do processo de diafiltração, uma vez que necessitaria-se de mais 15 horas de operação, consequentemente colocando em risco a matéria prima.

Com o aumento dos ciclos de diafiltração houve aumento relativo de proteína, em especial da caseína, e de gordura, em relação aos demais componentes. A caseína, as proteínas do soro, o NNP e a lactose são os componentes que sofreram maior variação nesta etapa. A água adicionada ao concentrado promove a retirada parcial das proteínas do soro, da lactose e dos componentes minerais, reduzindo sua concentração, e provocando um aumento relativo da concentração de caseína (POULIOT *et al*, 1996).

A lactose é o componente que foi bastante reduzido após a diafiltração, chegando em alguns casos a teores próximos de zero.

É importante ressaltar que se o teor de gordura inicial fosse reduzido, por exemplo, através da microfiltração do leite desnatado em uma membrana de diâmetro de poro 0,5 µm (SUREL & FAMELART, 1995) prioritariamente à microfiltração a membrana 0,1 µm, os valores de proteína e caseína melhorariam mais ainda.

Os resultados mostram que com o decorrer da microfiltração/diafiltração e o aumento do fator de concentração e dos ciclos de diafiltração, houve aumento gradual da relação Cs/Pt dos concentrados, como pode ser visto na Tabela 7. JOST & JELEN (1997), no processamento de leite desnatado em membranas cerâmicas, com diâmetro de poro 0,2 µm ou um pouco abaixo desse valor, também observaram o aumento gradual da razão Cs/Pt .

A relação Cs/Pt para a alimentação variou, apresentando valor médio de $0,893 \pm 0,006$, com valores entre 0,888 e 0,909, indicando que a reconstituição foi bastante adequada e os limites de variação estiveram numa faixa bastante restrita.

Tabela 7. Composição centesimal* da alimentação e dos concentrados de caseína durante a microfiltração/diafiltração

<i>Exp</i>	<i>v</i> (m/s)	<i>P transm</i> (kPa)	<i>A/C**</i>	<i>Sólidos</i> <i>totais</i>	<i>Cinzas</i>	<i>Proteína</i>	<i>Caseína</i>	<i>Proteínas</i> <i>do soro</i>	<i>G</i>	<i>NNP</i>	<i>Lactose</i>	<i>Relação</i> <i>Cs/Pt</i>
1	2,5	120	<i>A</i>	8,90 ± 0,06	6,26 ± 0,19	33,05 ± 0,19	29,36 ± 0,15	3,70 ± 0,03	1,93 ± 0,09	0,34 ± 0,00	56,59	0,888
			<i>C2</i>	11,92 ± 0,04	7,18 ± 0,02	53,61 ± 0,08	48,83 ± 0,11	4,78 ± 0,02	1,78 ± 0,05	0,28 ± 0,00	35,64	0,911
			<i>C4</i>	18,28 ± 0,06	7,95 ± 0,21	69,31 ± 0,23	63,28 ± 0,03	6,03 ± 0,04	2,61 ± 0,04	0,22 ± 0,01	18,73	0,913
			<i>A</i>	8,40 ± 0,02	8,54 ± 0,14	34,77 ± 0,54	31,59 ± 3,21	3,18 ± 0,02	2,10 ± 0,14	0,40 ± 0,00	52,04	0,909
2	5,5	120	<i>C2</i>	11,55 ± 0,06	8,26 ± 0,13	50,45 ± 0,40	46,60 ± 0,19	3,84 ± 0,00	3,71 ± 0,14	0,30 ± 0,00	35,67	0,924
			<i>C4</i>	17,49 ± 0,00	8,42 ± 0,05	66,52 ± ,58	62,03 ± 3,21	4,49 ± 0,01	3,36 ± 0,12	0,20 ± 0,00	20,42	0,933
			<i>CD2</i>	13,90 ± 0,03	7,97 ± 0,04	73,67 ± 2,07	69,08 ± 0,09	4,59 ± 0,02	3,91 ± 0,17	0,07 ± 0,00	14,00	0,938
			<i>CD4</i>	13,89 ± 0,02	7,59 ± 0,12	82,24 ± 1,47	78,88 ± 2,18	3,35 ± 0,22	5,56 ± 0,15	0,06 ± 0,03	4,23	0,959
3	2,5	280	<i>A</i>	8,54 ± 0,02	8,60 ± 0,18	33,26 ± 0,17	29,63 ± 0,05	3,63 ± 0,10	2,05 ± 0,03	0,35 ± 0,02	53,86	0,891
			<i>C2</i>	11,82 ± 0,13	7,19 ± 0,21	54,74 ± 0,23	49,49 ± 0,14	5,25 ± 0,02	1,95 ± 0,06	0,30 ± 0,00	34,21	0,904
			<i>C4</i>	18,36 ± 0,04	8,01 ± 0,35	69,66 ± 0,32	63,40 ± 0,12	6,26 ± 0,04	2,78 ± 0,30	0,20 ± 0,01	18,27	0,910
			<i>A</i>	8,16 ± 0,00	7,22 ± 0,02	33,74 ± 0,16	30,39 ± 0,01	3,35 ± 0,44	1,70 ± 0,10	0,28 ± 0,07	55,23	0,901
4	5,5	280	<i>C2</i>	11,65 ± 0,08	7,99 ± 0,09	54,01 ± 0,02	50,23 ± 0,12	3,78 ± 0,19	2,31 ± 0,09	0,30 ± 0,03	33,97	0,930
			<i>C4</i>	17,81 ± 0,06	7,89 ± 0,25	70,26 ± 0,61	66,80 ± 0,08	3,46 ± 0,03	2,94 ± 0,07	0,19 ± 0,00	17,70	0,951
			<i>CD2</i>	12,80 ± 0,01	7,57 ± 0,30	86,11 ± 0,17	82,57 ± 0,04	3,54 ± 0,05	3,20 ± 0,12	0,06 ± 0,01	2,74	0,959
			<i>CD4</i>	13,97 ± 0,00	7,26 ± 0,09	89,15 ± 0,26	86,93 ± 0,05	2,23 ± 0,00	3,26 ± 0,03	0,05 ± 0,00	0,01	0,975

Continuação da Tabela 7...

Exp	v	P	transm	A/C**	Sólidos totais	Cinzas	Proteína	Caseína	Proteínas do soro	G	NNP	Lactose	Relação Cs/Pt
	(m/s)		(kPa)										
9	4,0	200	A	8,44 ± 0,05	6,62 ± 0,10	32,90 ± 0,11	29,27 ± 0,22	3,62 ± 0,00	2,04 ± 0,05	0,35 ± 0,00	56,21	0,890	
	4,0	200	C2	12,16 ± 0,03	7,14 ± 0,10	53,36 ± 0,26	48,32 ± 0,15	5,04 ± 0,03	2,60 ± 0,09	0,28 ± 0,00	35,11	0,905	
	4,0	200	C4	18,50 ± 0,01	8,02 ± 0,03	68,50 ± 0,07	62,64 ± 0,14	5,86 ± 0,00	2,82 ± 0,20	0,23 ± 0,00	19,19	0,914	
	4,0	200	CD2	14,98 ± 0,05	8,20 ± 0,19	85,77 ± 0,36	80,74 ± 0,16	5,03 ± 0,02	5,04 ± 0,19	0,14 ± 0,00	0,10	0,941	
10	4,0	200	CD4	13,79 ± 0,2	7,36 ± 0,61	88,18 ± 0,06	83,60 ± 0,10	4,58 ± 0,07	3,72 ± 0,07	0,11 ± 0,01	0,04	0,948	
	4,0	200	A	8,85 ± 0,03	7,16 ± 0,07	32,88 ± 0,02	29,26 ± 0,03	3,62 ± 0,03	2,26 ± 0,06	0,33 ± 0,00	55,59	0,890	
	4,0	200	C2	12,08 ± 0,04	7,42 ± 0,12	51,75 ± 0,06	47,01 ± 0,02	4,72 ± 0,02	3,81 ± 0,05	0,28 ± 0,00	35,23	0,908	
	4,0	200	C4	17,15 ± 0,16	8,63 ± 0,06	71,37 ± 0,12	65,23 ± 0,01	6,12 ± 0,01	2,85 ± 0,16	0,23 ± 0,00	15,68	0,914	
	4,0	200	CD2	13,36 ± 0,03	8,61 ± 0,23	86,50 ± 0,28	80,57 ± 0,02	5,93 ± 0,02	2,71 ± 0,03	0,12 ± 0,00	1,41	0,931	
	4,0	200	CD4	13,36 ± 0,00	8,49 ± 0,05	86,79 ± 0,69	81,90 ± 0,02	4,89 ± 0,02	3,28 ± 0,00	0,10 ± 0,00	0,80	0,944	
11	4,0	200	A	8,62 ± 0,09	7,24 ± 0,04	33,72 ± 0,08	29,98 ± 0,04	3,83 ± 0,08	2,09 ± 0,16	0,35 ± 0,01	54,72	0,889	
	4,0	200	C2	12,10 ± 0,09	7,27 ± 0,10	52,64 ± 0,31	47,77 ± 0,07	4,88 ± 0,03	2,12 ± 0,48	0,28 ± 0,00	36,18	0,907	
	4,0	200	C4	18,40 ± 0,01	7,99 ± 0,02	68,32 ± 0,03	62,34 ± 0,09	5,98 ± 0,01	2,62 ± 0,10	0,22 ± 0,00	19,67	0,912	
	4,0	200	CD2	16,17 ± 0,02	7,42 ± 0,12	75,14 ± 1,02	69,39 ± 0,09	5,75 ± 0,02	3,57 ± 0,15	0,12 ± 0,00	13,10	0,923	
	4,0	200	CD4	13,69 ± 0,02	8,02 ± 0,11	87,66 ± 0,04	82,91 ± 0,02	4,75 ± 0,02	3,65 ± 0,02	0,09 ± 0,00	0,10	0,946	

*Composição centesimal em base seca, onde cada valor é a média de três pontos (média ± desvio padrão)

**A/C = alimentação (=A) ou concentrado (=C2; C4; CD2; CD4)

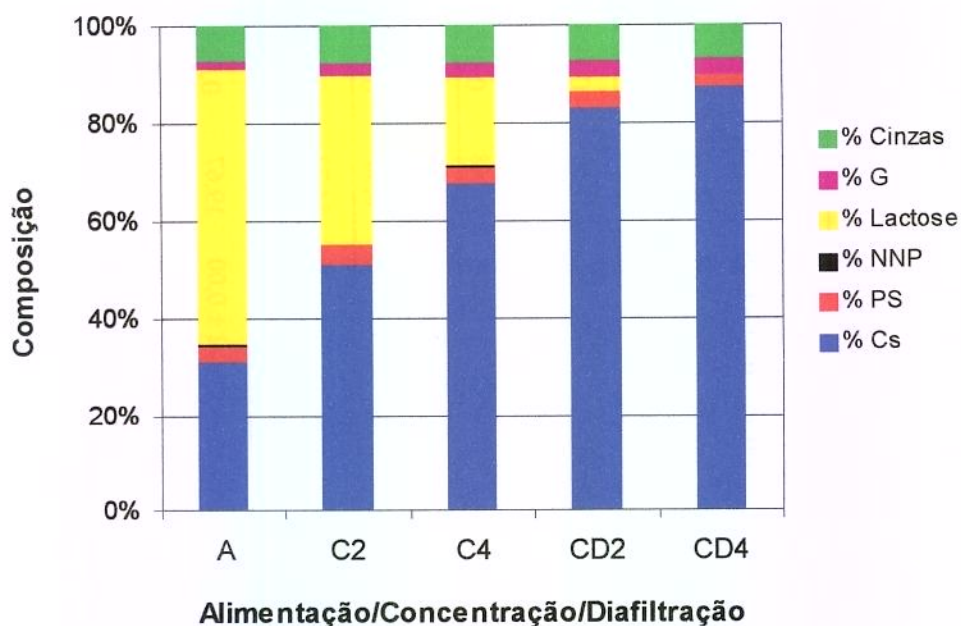


Figura 5. Composição, em base seca, da alimentação e dos concentrados de caseína durante a microfiltração/diafiltração a 5,5 m/s e pressão transmembrana de 280 kPa

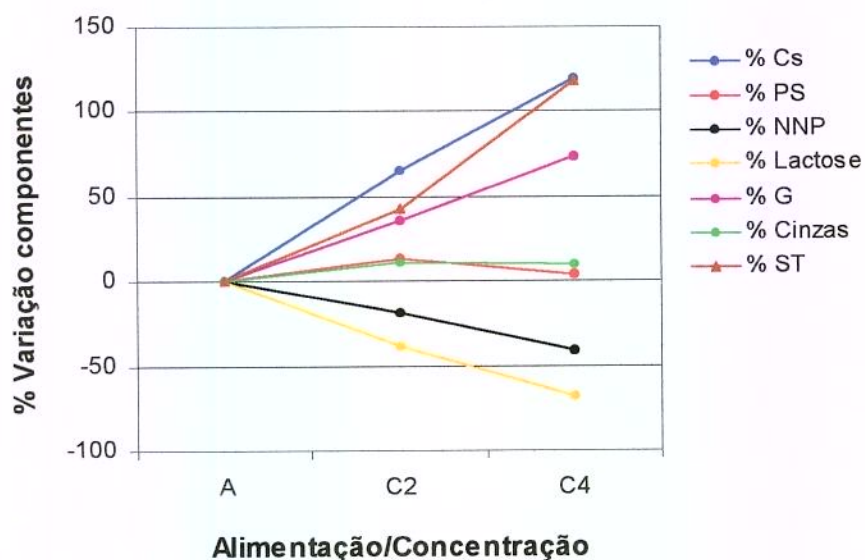


Figura 6. Porcentagem de variação dos componentes da alimentação e dos concentrados de caseína durante a microfiltração a 5,5 m/s e pressão transmembrana de 280 kPa

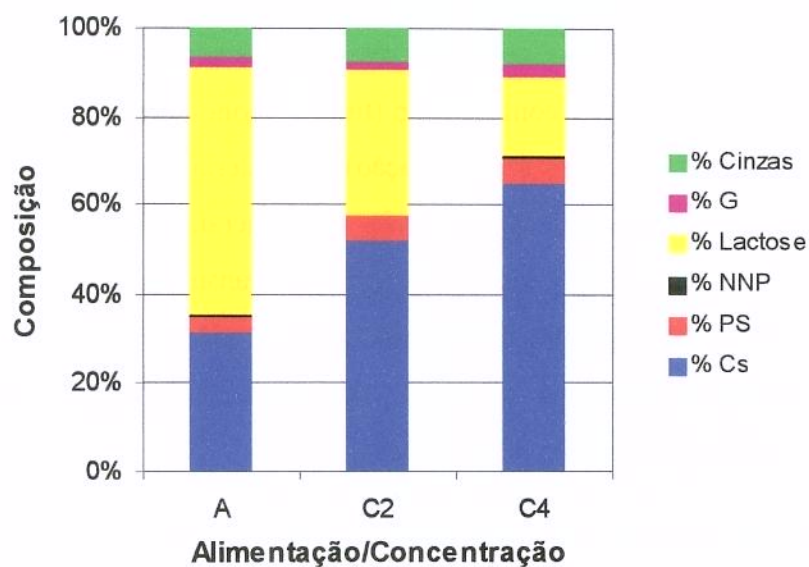


Figura 7. Composição, em base seca, da alimentação e dos concentrados de caseína durante a microfiltração a 1,9 m/s e pressão transmembrana de 200 kPa

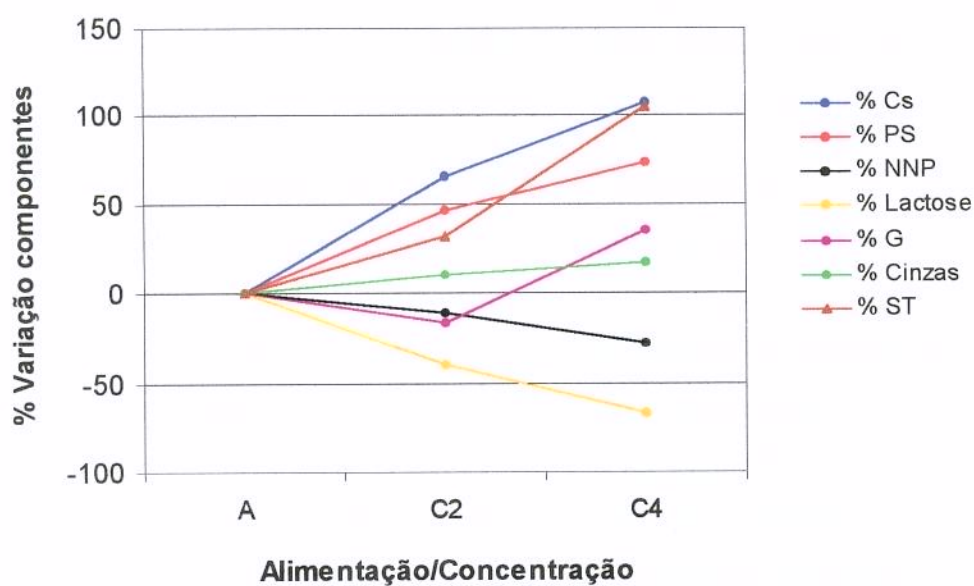


Figura 8. Porcentagem de variação dos componentes da alimentação e dos concentrados de caseína durante a microfiltração a 1,9 m/s e pressão transmembrana de 200 kPa

A comparação dos resultados obtidos com os dos diversos trabalhos existentes na literatura, desses trabalhos entre si e com este trabalho, apresenta certa dificuldade, pois diferentes membranas, em relação à configuração (tubular monotubo ou multicanal, espiral, etc.), ao tamanho (comprimento, área de permeação), ao material (cerâmica ou polimérica) ou ao próprio diâmetro do poro, foram empregadas e, em geral, há uma tendência para se operar a microfiltração usando o conceito de pressão transmembrana constante (com recirculação do permeado), que permite operar a altas velocidades e baixa pressão transmembrana, obtendo-se fluxos de permeado maiores por mais tempo (CHERYAN & ALVAREZ, 1995; GÉSAN-GUIZIOU *et al*, 1999a).

Em termos de proteína (em base seca) obtivemos, após os quatro ciclos de diafiltração, 82,24 a 89,63% e em termos de caseína obtivemos 78,88 a 87,03%, o que correspondeu a razão Cs/Pt de 0,927 a 0,975. Esses valores estão de acordo com os valores obtidos por diversos autores (KELLY *et al*, 2000; KERSTEN & HINRICHS, 2000; SACHEDEVA & BUCHHEIM, 1997; SAMUELSON *et al*, 1997a) para a microfiltração de leite desnatado, em membranas cerâmicas iguais à empregada neste trabalho. Os valores obtidos por estes autores foram 61,91 a 83,59% de proteína e 52,85 a 80,24% de caseína e, em termos da razão Cs/Pt de 0,85 a 0,96. As condições experimentais, bem como o FC e o número de ciclos de diafiltração empregados por estes autores estão na Tabela 4.

SACHEDEVA & BUCHHEIM (1997) fizeram a microfiltração de leite desnatado, num sistema operando a pressão transmembrana uniforme, a 50°C, a uma velocidade tangencial de 6 m/s e pressão transmembrana de 55 a 180 kPa. A microfiltração foi conduzida a até fator de concentração quatro e três ciclos de diafiltração foram realizados. Os resultados obtidos, para a pressão transmembrana de 55 kPa, foram: 87,07% de proteína total, 83,50% de caseína (em base seca), o que corresponde a razão Cs/Pt de 0,960. Esses resultados foram os melhores encontrados na literatura (Tabela 4). A microfiltração foi realizada numa membrana cerâmica Membralox[®], com diâmetro de poro 0,1 µm, que foi a mesma utilizada no desenvolvimento deste trabalho. O melhor resultado obtido neste trabalho foi para a velocidade tangencial de 5,5 m/s e pressão transmembrana de 280 kPa: 89,15% de proteína e 86,93% de caseína, que resulta numa razão Cs/Pt de 0,975. Este

resultado apresenta, portanto, um teor de caseína e uma razão Cs/Pt comparável ou ligeiramente acima do encontrado pelos autores KELLY *et al* (2000), KERSTEN & HINRICHS (2000), SACHEDEVA & BUCHHEIM (1997) e SAMUELSON *et al*, (1997a), citados nos dois parágrafos anteriores.

Análise estatística do efeito da velocidade tangencial e da pressão transmembrana na porcentagem de variação da gordura

A Tabela 8 apresenta a porcentagem de variação da gordura, calculada através da equação (7) no fator de concentração quatro. E a Tabela 9 apresenta o resultado obtido do cálculo estatístico do efeito da velocidade tangencial, da pressão transmembrana e da interação entre eles sobre esta variável.

Tabela 8. Porcentagem de variação da gordura (% variação G) em função da velocidade tangencial e da pressão transmembrana até FC = 4

<i>Exp.</i>	<i>v</i> (m/s)	<i>P</i> (kPa)	% variação G a FC = 4	% variação G a CD = 4
1	2,5	120	35,23	---*
2	5,5	120	60,00	165 ± 20
3	2,5	280	35,61	---
4	5,5	280	72,94	92 ± 20
5	1,9	200	35,16	---
6	6,1	200	59,05	157 ± 20
7	4,0	90	54,54	-12 ± 20
8	4,0	310	35,74	50 ± 20
9	4,0	200	38,24	82 ± 20
10	4,0	200	26,11	45 ± 20
11	4,0	200	25,36	75 ± 20

*Erro experimental = desvio padrão da % variação G dos experimentos no ponto central

**Experimentos em que não foi possível fazer a etapa de diafiltração

Tabela 9. Valor dos efeitos da velocidade tangencial, pressão transmembrana e da interação entre esses efeitos sobre a porcentagem de variação da G

<i>Efeito estimado</i>	<i>% variação G</i>
Velocidade	24,13*
Pressão transmembrana	-3,22 ^{ns}
Velocidade x Pressão transm.	6,28 ^{ns}

* efeito significativo (p valor < 0,05); ns = efeito não significativo (p valor > 0,05)

A análise dos resultados apresentados na Tabela 9 permite afirmar que, para as condições estudadas, a interação velocidade versus pressão transmembrana e a pressão transmembrana não exerceram nenhum efeito sobre a porcentagem de variação da gordura.

Tabela 10. Estimativa dos efeitos e seus desvios padrão para a % variação G

	<i>Efeito</i>	<i>Desvio padrão</i>	<i>p valor</i>
<i>Constante</i>	43,45273	3,580988	0,000001
<i>Efeito v</i>	24,12778	8,440471	0,018824

Tabela 11. Tabela de Análise de Variância para a % variação G

	<i>SQ</i>	<i>GL</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>p valor</i>
<i>Regressão</i>	1152,656	1	1152,656	8,171	
<i>Linear</i>	1152,656	1	1152,656	8,171	0,018824
<i>Resíduos</i>	1269,524	9	141,058		
<i>Falta ajuste</i>	1164,993	7	166,428	1,180	
<i>Erro puro</i>	104,531	2	52,266		
<i>Total</i>	2422,181	10			

*SQ = soma quadrática; ** GL = graus de liberdade; *** MQ = média quadrática

O comportamento da % variação G é representado na superfície de contorno gerada da superfície de resposta rebatida (Figura 9).

O modelo gerado não foi altamente significativo, pois o $F_{\text{calculado}}$ foi 1,5 vezes maior que o F_{tabelado} ($= 5,12$), para um teste com nível de significância de 5%. O modelo não apresentou falta de ajuste, pois $F_{\text{calculado}}$ para a falta de ajuste foi menor que o F_{tabelado} ($= 3,29$). O coeficiente de correlação (r) foi de 0,42.

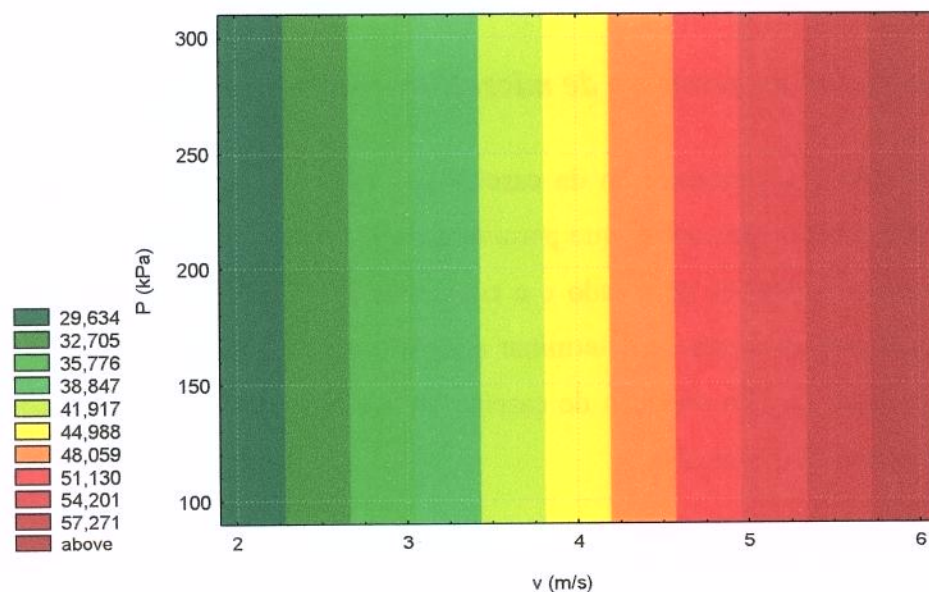


Figura 9. Superfície de contorno para a % variação G em função da velocidade tangencial e da pressão transmembrana

Como pode ser visto na Figura 9 e na Tabela 8, o aumento da velocidade tangencial aumenta a porcentagem de variação da gordura. Quando a velocidade tangencial aumenta, a turbulência provocada promove uma mistura maior do fluido próximo à superfície da membrana. Isso reduz a camada gel polarizada, pois arrasta os sólidos acumulados e facilita a permeação de componentes de baixa massa molecular ou de diâmetro menor que o do poro da membrana. Os glóbulos de gordura de menor diâmetro parecem ter permeado através da membrana no início do experimento. Os glóbulos restantes, presentes em maior

quantidade devido à distribuição de tamanho dos glóbulos de gordura, são retidos pela membrana e, portanto, concentrados.

GOUDÉDRANCHE *et al* (2000) citado por SABOYA & MAUBOIS (2000) propuseram e patentearam um processo de separação da gordura em glóbulos pequenos e largos, com pouco dano na forma nativa da membrana globular, através de membranas cerâmicas de microfiltração. Leite contendo somente glóbulos de gordura com diâmetro menor que 2 μm foi obtido.

IV. 2. Desempenho do processo de microfiltração

A separação e a concentração da caseína por microfiltração é realizada por uma membrana seletivamente permeável que permite a passagem de água, proteínas do soro e pequenos solutos. O fluxo de permeado e a concentração da caseína no retentado são as variáveis mais importantes para se determinar a viabilidade econômica do processo, sendo desejável a obtenção de alta retenção de caseína com o máximo de pureza e, ao mesmo tempo, elevado fluxo de permeado.

IV.2.1. Razão J/τ_w

As condições de operação tais como pressão transmembrana, temperatura e velocidade tangencial são os principais parâmetros responsáveis por um processo apropriado de separação por membrana. Segundo LU & JU (1989) a componente tangencial da força de arraste, devido à velocidade tangencial, é proporcional à tensão de cisalhamento efetiva na superfície da membrana (τ_w), e a componente normal da força de pressão, devido ao escoamento é proporcional ao fluxo de permeado (J). O fluxo de permeado (J) governa o transporte de massa por convecção para membrana e a velocidade, através da força de cisalhamento, regula o transporte por arraste, difusão ou migração das moléculas e partículas da membrana para o seio da solução (GÉSAN-GUIZIOU *et al*, 2000; LE BERRE & DAUFIN, 1996). Estudos da camada formada sobre a membrana mostram que um diâmetro crítico de partículas depositadas é proporcional a (J/τ_w) , e explicam porque alta velocidade tangencial forma uma camada fina (LU & JU, 1989).

Segundo GÉSAN-GUIZIOU *et al* (1999a) a performance da microfiltração é regulada por um depósito, composto por micelas de caseína retidas, microrganismos e proteínas solúveis na superfície da membrana. O limite de crescimento da camada gel polarizada pode ser atribuído à força normal e à força de cisalhamento atuando na camada, bem como ao coeficiente de fricção e a coesão do depósito (GÉSAN-GUIZIOU *et al*, 1999b). As condições de operação para as quais a performance da microfiltração de leite desnatado é satisfatória podem ser definidas a partir de uma razão crítica de J/τ_w . O conhecimento da razão crítica J/τ_w permite determinar condições operacionais ótimas de microfiltração para alta produtividade, baixo custo de processamento e requerimentos mínimos de limpeza (GÉSAN-GUIZIOU *et al*, 2000). Exceder a razão J/τ_w crítica leva a acumulação de material na superfície da membrana e modificações irreversíveis nas características do depósito (GÉSAN-GUIZIOU *et al*, 1999a).

LE BERRE & DAUFIN (1996) encontraram uma razão J/τ_w crítica de $1,0 \text{ l/h.m}^2.\text{Pa}$, para microfiltração de leite desnatado, a 50°C , a $FC = 2$, numa membrana monotubular de $\text{ZrO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$, com diâmetro de poro de $0,1 \mu\text{m}$. Quando J/τ_w foi menor que $1,0 \text{ l/h.m}^2.\text{Pa}$ o desempenho da microfiltração foi satisfatório: o sistema pôde ser operado por longo tempo, com baixo aumento da resistência da membrana devida ao “fouling” e alta permeabilidade de proteínas do soro. Quando J/τ_w foi maior que $1,0 \text{ l/h.m}^2.\text{Pa}$ ocorreu um aumento severo da resistência devido ao “fouling” e um decréscimo da permeabilidade das proteínas do soro. As condições experimentais usadas foram: pressão transmembrana uniforme, velocidade tangencial de $3,0$ a $7,2 \text{ m/s}$; tensão de cisalhamento (τ_w) de 40 a 110 Pa ; pressão no retentato de 300 kPa e fluxo de permeado entre 30 a 110 l/h.m^2 .

Neste trabalho as razões J/τ_w foram calculadas para cada experimento (Anexo V.6) e estão plotadas na Figura 10.

A análise estatística dos efeitos da velocidade tangencial e da pressão transmembrana no fluxo de permeado (item IV.2.2) indicou que a velocidade exerce em efeito significativo no fluxo de permeado global. Operando-se a elevada velocidade, pode-se conseguir elevado fluxo. Entretanto, o fluxo é proporcional à componente normal das

forças que atuam sobre as partículas durante a microfiltração e, portanto, contribui para o “fouling”. Observando-se a Figura 10 verifica-se que para melhor desempenho do processo, em relação ao fracionamento e concentração de caseína uma razão J/τ_w crítica próxima de $0,3 \text{ kg/h.m}^2.\text{Pa}$ determinará condições de operação ótimas para a microfiltração (experimentos 4, 6 e 7, cuja velocidades tangenciais foram de 5,5; 6,1 e 4,0 m/s, respectivamente).

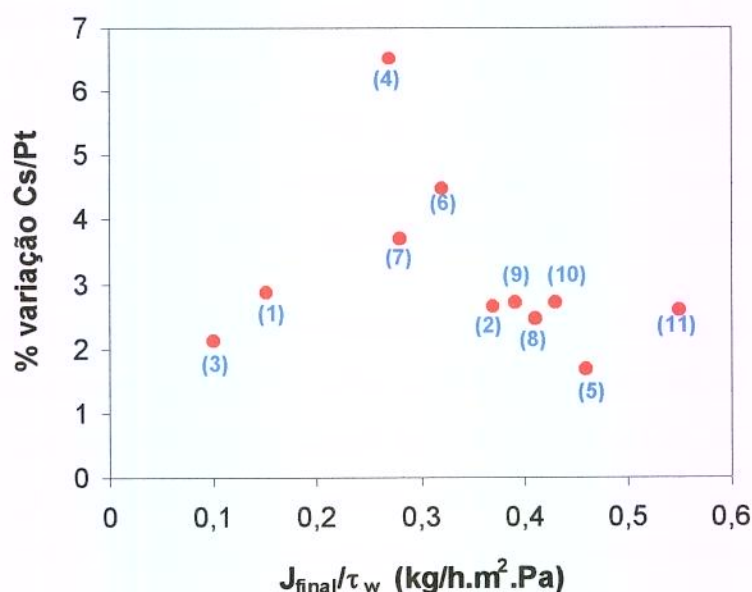


Figura 10. Porcentagem de variação de Cs/Pt *versus* razão fluxo/tensão de cisalhamento, a $FC = 4$. Os números entre parênteses correspondem ao número do experimento.

Análise estatística do efeito da velocidade tangencial e da pressão transmembrana na razão J_f/τ_w

A Tabela 12 apresenta o resultado obtido do cálculo estatístico do efeito da velocidade tangencial, da pressão transmembrana e da interação entre eles na razão J_f/τ_w .

Tabela 12. Valor dos efeitos da velocidade tangencial, pressão transmembrana e da interação entre esses efeitos sobre a razão J_f/τ_w

<i>Efeito estimado</i>	<i>J_f/τ_w (kg/h.m².Pa)</i>
Velocidade	0,049 ^{ns}
Pressão transmembrana	0,0074 ^{ns}
Velocidade x Pressão transm.	-0,025 ^{ns}

ns = efeito não significativo (p valor > 0,05)

A análise dos resultados apresentados na Tabela 12 permite afirmar que, para as condições estudadas, a interação velocidade versus pressão transmembrana, a velocidade tangencial e a pressão transmembrana não exerceram nenhum efeito sobre a razão J_f/τ_w .

IV.2.2. Fluxo de permeado

As curvas de permeação mostram a queda do fluxo de permeado em função do tempo, durante a etapa de concentração, até $FC = 4$ (Figura 11), sendo que cada experimento tem sua curva representada no Anexo V. O comportamento da queda do fluxo de permeado repetiu-se, de forma muito semelhante, em todos os processamentos realizados, apresentando uma etapa de queda quase que contínua até $FC = 4$, diferindo da curva típica de fluxo de permeado, com três fases bem distintas, a saber: formação da camada gel polarizada, “fouling” e consolidação do “fouling”. Este fenômeno tem sido observado e discutido por inúmeros autores (FAUQUANT *et al*, 1988; KELLY *et al*, 2000; KERSTEN & HINRICHS, 2000; MARSHALL *et al*, 1996; POULIOT *et al*, 1996; SACHDEVA & BUCHHEIM, 1997) que enfocam, basicamente, o efeito da polarização da concentração e o fenômeno do “fouling”, como sendo os responsáveis por esta redução de fluxo.

Como as proteínas são rejeitadas pela membrana, elas tendem a apresentar altas concentrações na superfície da mesma. Essa concentração é alta o bastante para formar uma camada gelificada, que aumenta a resistência hidráulica da membrana e reduz o fluxo de

permeado, quando todos os parâmetros operacionais, tais como pressão, velocidade tangencial e temperatura são mantidos constantes, ou quando o fator de concentração aumenta. Na microfiltração de leite desnatado o diâmetro do poro que permanece aberto para o fluxo do permeado diminui durante o experimento também devido à deposição de microorganismos, e micelas de caseína na superfície da membrana (GÉSAN-GUIZIOU *et al*, 1999b; MARSHALL *et al*, 1996).

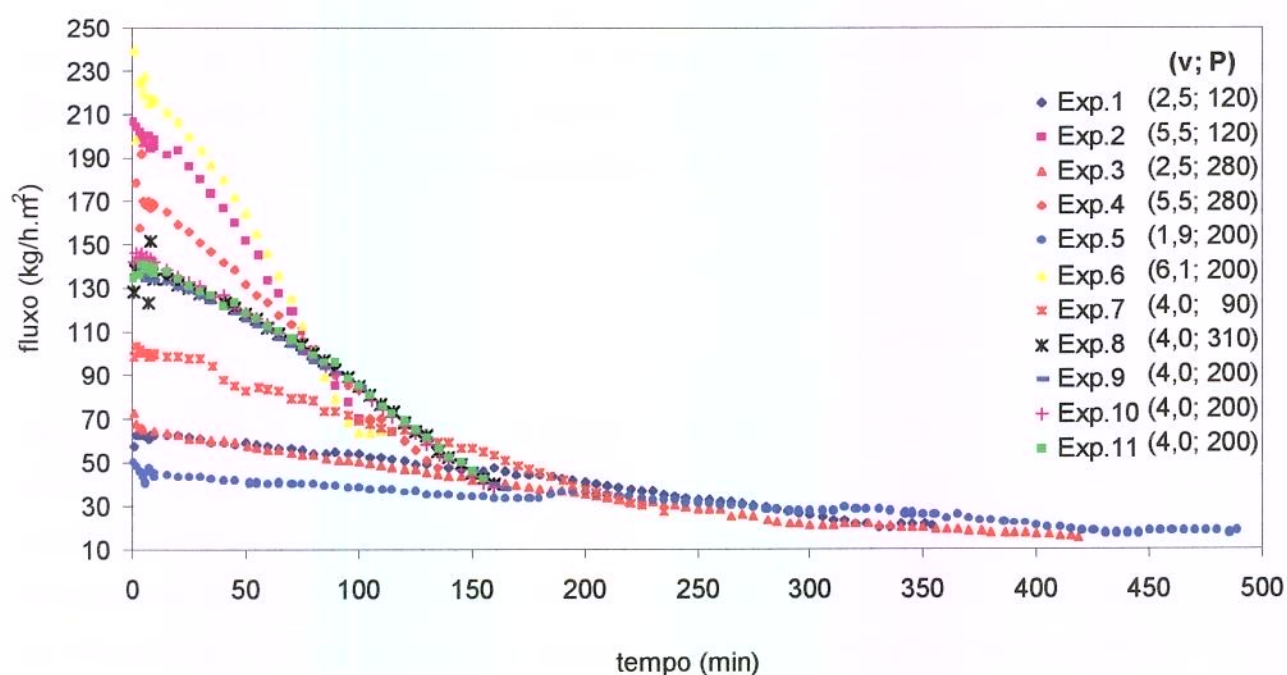


Figura 11. Curvas de fluxo de permeado em função do tempo durante a microfiltração, até FC = 4.

A Figura 12 mostra o fluxo de permeado em função do fator de concentração, FC. À mediada que o fator de concentração aumentou, o fluxo de permeado diminuiu gradualmente. FAUQUANT *et al* (1988), POULOIT *et al* (1996) e SACHDEVA & BUCHHEIM (1997) também observaram o declínio do fluxo de permeado em função do fator de concentração.

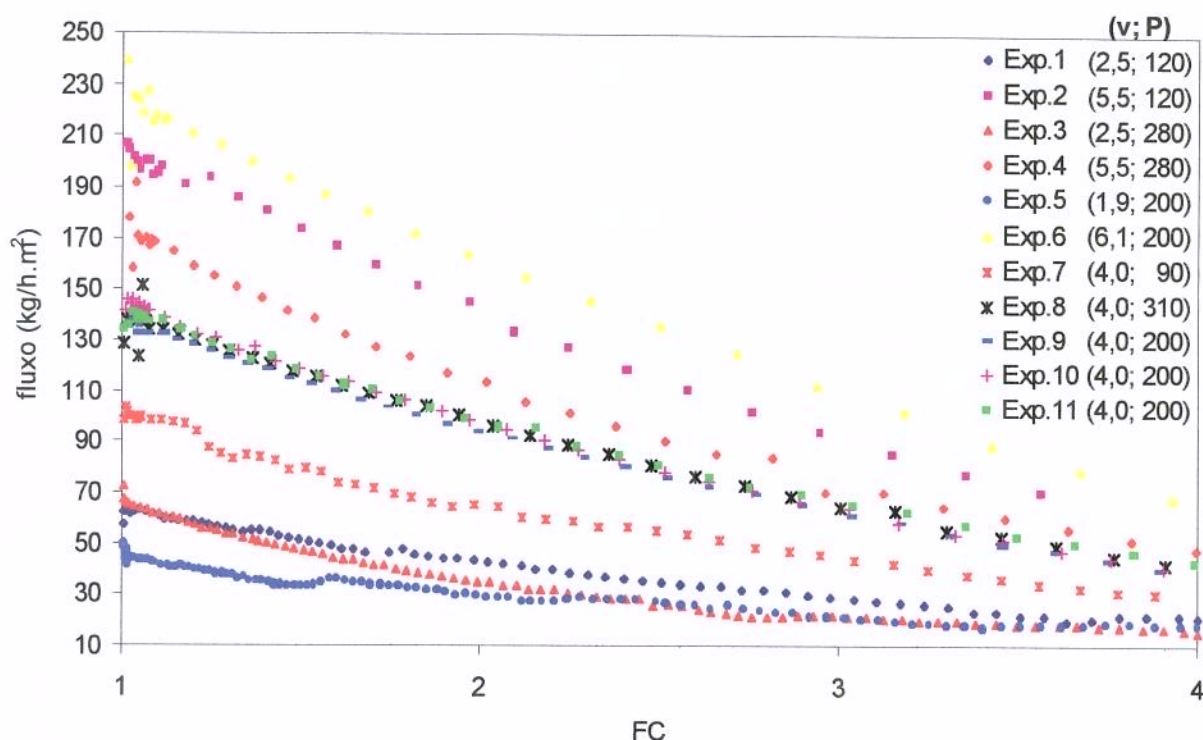


Figura 12. Curvas de fluxo de permeado em função do fator de concentração durante a microfiltração, até FC = 4.

O aumento da velocidade tangencial aumenta significativamente o fluxo de permeado. Esses dados estão de acordo com a literatura (CHERYAN & ALVAREZ, 1995; KELLY *et al*, 2000; KERSTEN & HINRICHS, 2000; SABOYA & MAUBOIS, 2000; SAMUELSON *et al*, 1997b). Os maiores valores de fluxos encontrados ocorreram para as combinações de velocidade tangencial de 6,1 m/s e pressão transmembrana de 200 kPa (experimento 6), e velocidade de 5,5 m/s e pressão transmembrana de 120 e 280 kPa (experimentos 2 e 4, respectivamente). Para o experimento 6 o fluxo de permeado caiu de 220 para 63 kg/h.m², no FC =4, enquanto que para o experimento 2, de 200 para 58 kg/h.m² e para o experimento 4, de 170 para 48 kg/h.m²

SACHDEVA & BUCHHEIM (1997), que obtiveram concentrados de caseína com maior teor de caseína (Cs/Pt igual a 0,960), verificaram um declínio no fluxo de permeado de 214 l/h.m², no início do processo para 65 l/h.m², no final da concentração (FC = 4), com

membrana com diâmetro de poro de 0,1 μm , num sistema operando a pressão transmembrana uniforme, a 50°C. A microfiltração foi conduzida a uma vazão volumétrica de permeado inicial de 50 l/h e pressão transmembrana de 55 kPa.

SAMUELSON *et al* (1997b), fizeram a microfiltração numa membrana com diâmetro de poro de 0,14 μm , a 55°C. Eles variaram a velocidade tangencial (1,5; 2,5; 4; 6 e 8 m/s) e mediram o fluxo de permeado em cada uma dessas velocidades em função da pressão transmembrana. O máximo fluxo de permeado obtido, no início do processo, foi de 145 l/h.m², que correspondeu à velocidade de 8 m/s e pressão transmembrana de 165 kPa.

POULIOT *et al* (1996) usaram uma membrana com diâmetro de poro de 0,22 μm , velocidade tangencial de 6,9 m/s e pressão transmembrana de 190 kPa e verificaram um declínio de 50% do fluxo de permeado, passando de 180 l/h.m² para 90 l/h.m² após FC igual a 3.

Neste trabalho, os resultados de fluxo de permeado obtidos foram comparáveis, sendo às vezes iguais ou ligeiramente melhores que os resultados obtidos nos trabalhos de SACHDEVA & BUCHHEIM (1997), SAMUELSON *et al* (1997b) e POULIOT *et al* (1996), citados nos parágrafos anteriores.

A Figura 13 mostra as curvas de permeação para os experimentos nos quais foram realizadas as etapas de concentração e diafiltração. Os experimentos em que não foi possível fazer a diafiltração não estão incluídos nesta figura. Durante a diafiltração foi possível verificar a retirada parcial de vários componentes do leite, tais como lactose, gordura, proteínas do soro, NNP e sais minerais, através da diminuição, em valores absolutos, destes componentes no retentado. Este arraste de componentes provoca o efeito de aumento da permeabilidade da camada gel polarizada tornando-a mais porosa (DAUFIN & MERIN, 1995), enquanto que no interior dos poros também ocorre pelo menos uma eliminação parcial destes componentes de menor massa molecular. Estes dois fenômenos resultam em um aumento de fluxo de permeado. No instante do quarto ciclo de diafiltração este aumento situou-se entre 37 e 95%, em relação ao fluxo de permeado no instante em que foi atingido o FC 4.

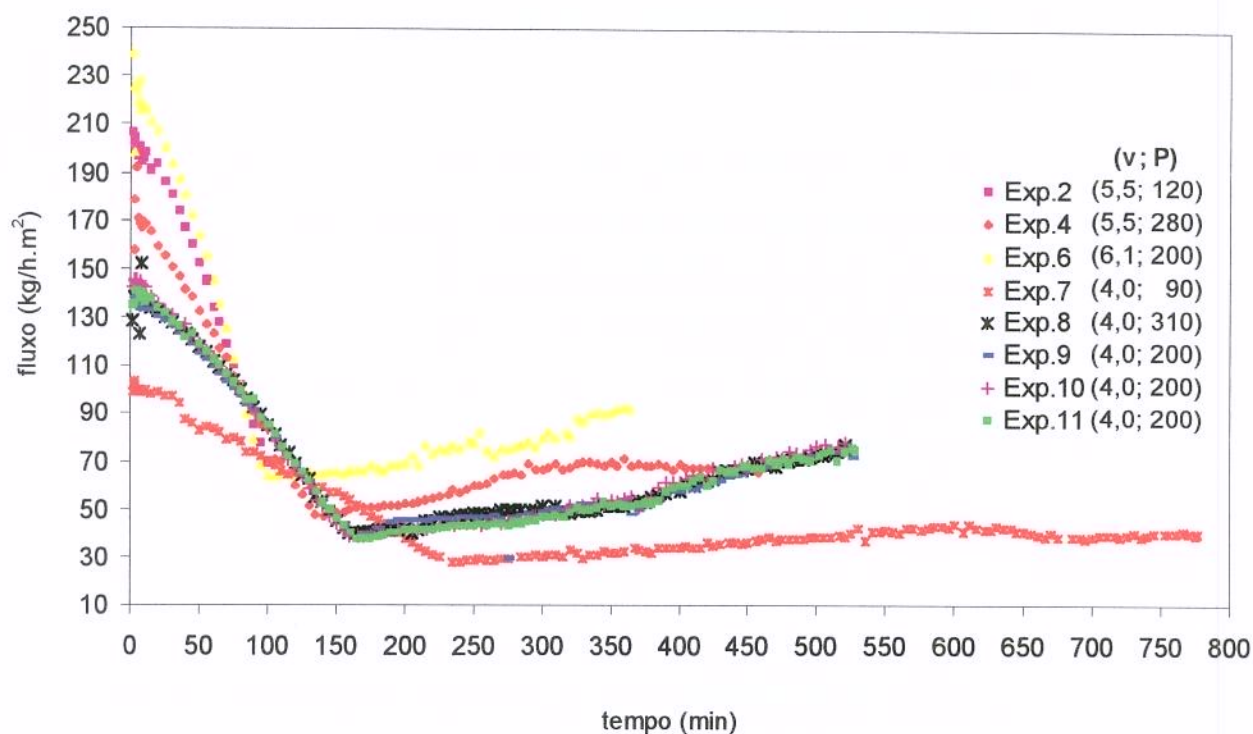


Figura 13. Curvas de fluxo de permeado em função do tempo durante a microfiltração, incluindo os 4 ciclos de diafiltração.

SACHDEVA & BUCHHEIM (1997) também observaram uma melhoria do fluxo de permeado quando a diafiltração foi realizada após a microfiltração de leite desnatado, usando membrana com diâmetro de poro de 0,1 μm . A diafiltração foi feita em batelada, sendo que o retentado foi diluído duas vezes com água destilada e, então, concentrado ao volume original de retentado, o ciclo de diafiltração foi repetido três vezes. Em todos os experimentos realizados o fluxo foi restaurado ao valor inicial quando a microfiltração foi conduzida a baixa vazão volumétrica de permeado inicial (12,5 l/h). Entretanto, no caso da microfiltração com valores altos de vazão de permeado inicial (25 – 50 l/h) o fluxo foi parcialmente recuperado ao valor prioritariamente antes à diafiltração.

IV.2.3. Efeito da velocidade tangencial e da pressão transmembrana no fluxo de permeado global

O aumento da velocidade tangencial melhorou o fluxo de permeado na microfiltração do leite desnatado, independentemente da pressão transmembrana em que o processo seja realizado. Segundo SAMUELSON *et al* (1997b) um aumento da velocidade tangencial eleva o coeficiente de transferência de massa junto à superfície da membrana, reduzindo a camada gel polarizada e resultando, portanto, em fluxo de permeado maior. Para a faixa de velocidade tangencial estudada (1,9 a 6,1 m/s) os valores do número de Reynolds inicial estiveram acima de 9000 (Anexo V.5), caracterizando nitidamente em escoamento turbulento.

Na Figura 14 também pode se observar um declínio mais acentuado do fluxo para velocidades tangenciais maiores. MARSHALL *et al* (1996) e SACHDEVA & BUCHHEIM (1997) verificaram que um alto fluxo de permeado inicial provoca um aumento severo na resistência da membrana (observado pela aumento da pressão transmembrana), que leva a uma redução acentuada do fluxo. Neste trabalho para as velocidades de 6,1; 5,5 e 4,0 m/s observou-se um aumento da pressão de entrada do retentado, devido ao aumento da resistência hidráulica da membrana.

Para a pressão transmembrana de 200 kPa, trabalhando-se com velocidades tangenciais de 1,9; 4,0 e 6,1 m/s (experimentos 5; 9, 10 e 11 – ponto central; e 6, respectivamente) observou-se um aumento no fluxo de permeado inicial, na medida em que há aumento na velocidade tangencial, conforme pode-se visualizar através da Figura 14. Este efeito permitiu ainda constatar, através do uso da equação (10), que o fluxo global de permeado também assumiu valores mais elevados para as velocidades mais elevadas, conforme pode ser visto na Tabela 14. Esta tendência foi verificada também quando observa-se o comportamento do fluxo de permeado para as baixas pressões, no caso, 90 e 120 kPa e para altas pressões, 280 e 310 kPa.

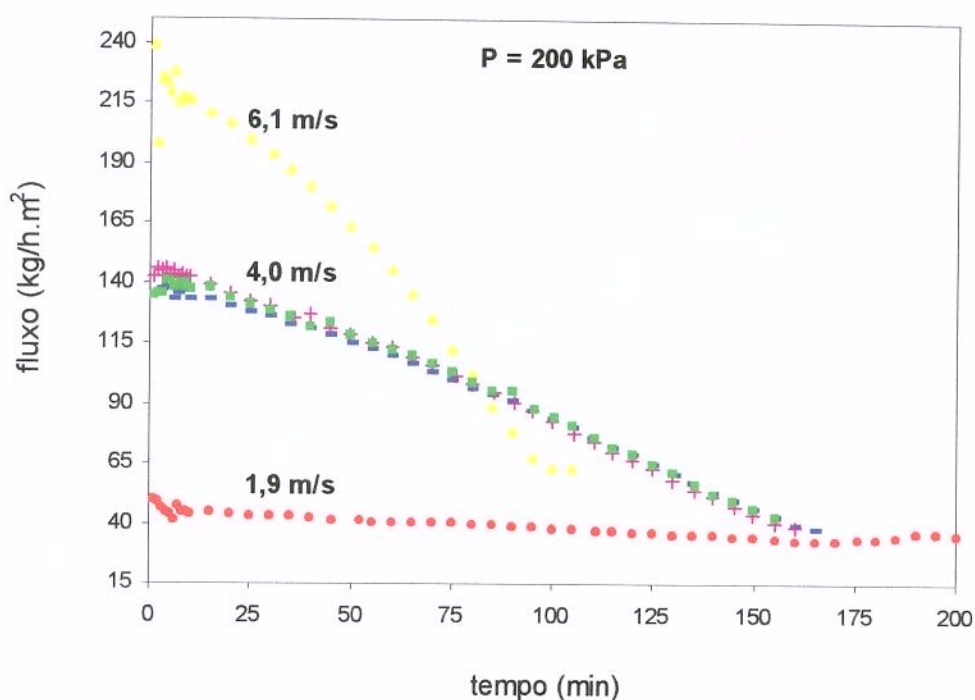


Figura 14. Efeito da velocidade no fluxo de permeado, sob pressão transmembrana de 200 kPa, até FC 4

Para a velocidade tangencial de 5,5 m/s a redução na pressão transmembrana de 280 para 120 kPa aumentou o fluxo de permeado global de 88 para 105 kg/h.m², conforme está mostrado na Tabela 14 e apresentado na Figura 15.

Através da Tabela 16 pode-se observar que para as velocidades de 1,9 e 2,5 m/s os valores de fluxo de permeado global apresentaram pouca variação, mas mantiveram-se em valores muito abaixo em relação aos experimentos 2 e 6. Já para velocidade de 4 m/s verifica-se que entre as pressões de 200 e 310 kPa os valores são praticamente os mesmos, mas que a redução da pressão para 0,9 provoca uma redução de cerca de 30% do fluxo em relação às pressões de 200 e 310 kPa.

A baixas velocidades (1,9 e 2,5 m/s) o aumento da pressão praticamente não afetou o fluxo de permeado. E a velocidade de 4,0 m/s, mais uma vez, o efeito da pressão variou pouco o fluxo do permeado.

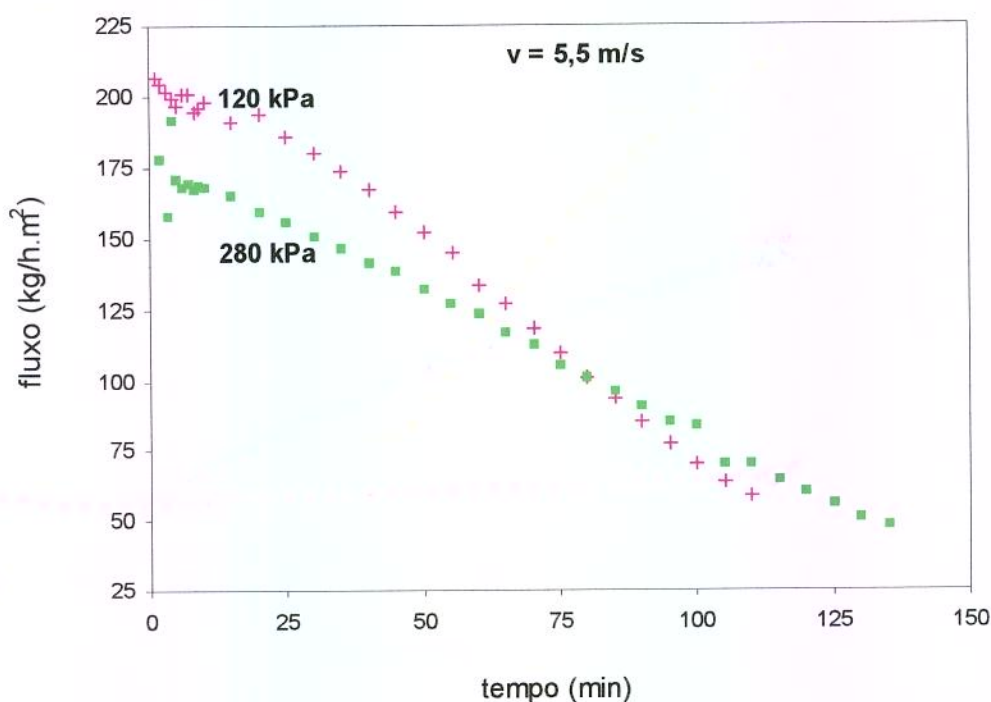


Figura 15. Efeito da pressão transmembrana no fluxo de permeado, a velocidade tangencial de 5,5 m/s, até FC 4

IV.2.4. Efeito da velocidade tangencial e da pressão transmembrana na porcentagem de variação da relação Cs/Pt

Na Tabela 13 verifica-se que na alimentação o teor de caseína esteve entre 28,43 e 31,59%, em base seca, porém a faixa de variação da relação entre a caseína e a proteína Cs/Pt foi bem mais restrita, ao redor de 2%, com valores absolutos entre 0,888 e 0,909. A elevação média da relação Cs/Pt para FC 4 e CD 4 foi, respectivamente, 4 e 6%. Deve-se ressaltar que para alguns experimentos não foi realizada a etapa de diafiltração.

Tabela 13. Porcentagem de caseína e relação Cs/Pt em função da velocidade tangencial e da pressão transmembrana

Exp.	Condições experim.		% caseína*			Caseína/proteína (Cs/Pt)		
	<i>v</i> (m/s)	<i>P</i> (kPa)	Alimentação	FC = 4	CD = 4	Alimentação	FC = 4	CD = 4
1	2,5	120	29,36	63,28	---**	0,888	0,913	---
2	5,5	120	31,59	62,03	78,88	0,909	0,933	0,959
3	2,5	280	29,63	63,40	---	0,891	0,910	---
4	5,5	280	30,39	66,80	86,93	0,901	0,951	0,975
5	1,9	200	30,80	63,67	---	0,898	0,913	---
6	6,1	200	28,43	63,00	80,53	0,890	0,930	0,969
7	4,0	90	29,74	61,55	87,03	0,894	0,927	0,971
8	4,0	310	30,30	63,37	81,22	0,891	0,913	0,927
9	4,0	200	29,27	62,64	83,60	0,890	0,914	0,948
10	4,0	200	29,26	65,23	81,90	0,890	0,914	0,944
11	4,0	200	29,98	69,39	82,91	0,889	0,912	0,946

*Os respectivos erros experimentais não estão na tabela

**Experimentos em que não foi possível fazer a etapa de diafiltração

Do ponto de vista do processo de obtenção da caseína é interessante que seja estabelecido um alto fluxo de permeado com a máxima porcentagem de variação de Cs/Pt, pois isto significa menor tempo de processo e maior teor possível de caseína. Assim, através das Tabelas 14 e 15 verifica-se que até FC 4 os experimentos 2, 4 e 6 apresentaram valores elevados em pelo menos um dos parâmetros: fluxo global ou porcentagem de variação de Cs/Pt.

A Tabela 14 mostra que para velocidades mais elevadas (5,5 m/s) o aumento da pressão, de 120 para 280 kPa aumentou a porcentagem de variação da relação Cs/Pt de 2,64 para 6,50, no FC 4, e de 5,50 para 9,18, no CD 4. Para as velocidades entre 1,9 e 4,0 m/s o aumento da pressão entre 90 e 310 kPa provocou um aumento na porcentagem de variação de Cs/Pt na faixa entre 1,67 a 3,69 para FC 4.

O efeito de baixa velocidade provoca um reduzido efeito de cisalhamento na camada gel polarizada, acrescido a isso, o efeito de pressão elevada leva a uma maior compactação dessa camada, resultando em maior dificuldade para que os componentes com massa molecular menor e/ou com dimensões equivalentes ao diâmetro de poro atravessem a membrana (GÈSAN-GUIZIOU *et al*, 2000; LE BERRE & DAUFIN, 1996).

Verificou-se também que o efeito positivo do aumento da pressão transmembrana ocorreu de uma forma mais intensa para altas velocidades do que em relação à faixa de velocidade entre 1,9 e 4,0 m/s. Por isso, a análise estatística dos dados indica que para se obter concentrados de caseína de alto teor deve-se operar as pressões elevadas (dentro da faixa estudada, ou seja, 200 a 280 kPa), como discutido no item IV.2.4.

Tabela 14. Porcentagem de variação da relação Cs/Pt em função da velocidade tangencial e da pressão transmembrana

<i>Experimento</i>	<i>Condições experim.</i>		<i>% variação Cs/Pt</i>	
	<i>v(m/s)</i>	<i>P (kPa)</i>	<i>FC = 4</i>	<i>CD = 4*</i>
1	2,5	120	2,86	---**
2	5,5	120	2,64	5,50 ± 0,06
3	2,5	280	2,13	---
4	5,5	280	6,50	9,18 ± 0,06
5	1,9	200	1,67	---
6	6,1	200	4,49	8,88 ± 0,06
7	4,0	90	3,69	8,61 ± 0,06
8	4,0	310	2,47	4,04 ± 0,06
9	4,0	200	2,70	6,52 ± 0,06
10	4,0	200	2,70	6,07 ± 0,06
11	4,0	200	2,59	6,41 ± 0,06

*Erro experimental = desvio padrão da % variação Cs/Pt dos experimentos no ponto central

** Experimentos em que não foi possível fazer a etapa de diafiltração

IV.2.5. Análise estatística do efeito da velocidade tangencial e da pressão transmembrana

A análise através da metodologia de superfície de resposta foi feita para os resultados de porcentagem de variação da relação Cs/Pt e de fluxo global obtidos a FC = 4, pois para os experimentos 1, 3 e 5 não foi possível fazer a diafiltração dos concentrados.

Tabela 15. Porcentagem de variação de Cs/Pt e fluxo de permeado global em função da velocidade tangencial e da pressão transmembrana até FC=4

<i>Experimento</i>	<i>Variáveis independentes</i>		<i>Variáveis dependentes</i>	
	<i>v(m/s)</i>	<i>P (kPa)</i>	<i>% variação Cs/Pt</i>	<i>J (kg/h.m²)</i>
1	2,5	120	2,82	34,72
2	5,5	120	2,64	105,17
3	2,5	280	2,13	32,04
4	5,5	280	5,55	88,08
5	1,9	200	1,67	28,55
6	6,1	200	4,49	116,80
7	4,0	90	3,69	51,13
8	4,0	310	2,47	72,70
9	4,0	200	2,70	70,37
10	4,0	200	2,70	73,75
11	4,0	200	2,59	75,15

A Tabela 16 apresenta o resultado obtido do cálculo estatístico do efeito da velocidade tangencial, da pressão transmembrana e da interação entre eles na porcentagem de variação da relação Cs/Pt e no fluxo de permeado global.

Tabela 16. Valor dos efeitos da velocidade tangencial, pressão transmembrana e da interação entre esses efeitos sobre a porcentagem de variação da relação Cs/Pt e o fluxo de permeado

<i>Efeito estimado</i>	<i>% variação Cs/Pt</i>	<i>J (kg/h.m²)</i>
Velocidade	1,62*	63,24*
Pressão transmembrana	1,11 ^{ns}	-9,88 ^{ns}
Velocidade x Pressão transm.	1,80*	- 7,20 ^{ns}

* efeito significativo (p valor < 0,05); ns = efeito não significativo (p valor > 0,05)

Efeito da velocidade tangencial e da pressão transmembrana no fluxo de permeado global

A análise dos resultados apresentados na Tabela 16 permite afirmar que, para as condições estudadas, a interação velocidade versus pressão transmembrana e a pressão transmembrana não exerceram nenhum efeito sobre o fluxo de permeado durante o processo de microfiltração.

O modelo gerado para o fluxo de permeado global, através dos dados da Tabela 15, pode ser visto abaixo:

$$Z = 68,04 + 63,14 X \quad (9)$$

onde Z = fluxo de permeado global e X = nível codificado de velocidade tangencial.

Tabela 17. Estimativa dos efeitos e seus desvios padrão para a resposta fluxo de permeado

	<i>Efeito</i>	<i>Desvio padrão</i>	<i>p valor</i>
<i>Constante</i>	68,04182	2,514137	0,000000
<i>Efeito v</i>	63,14141	5,925879	0,000002

Tabela 18. Tabela de Análise de Variância para a resposta fluxo de permeado

	<i>SQ</i>	<i>GL</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>p valor</i>
<i>Regressão</i>	7893,940	1	7893,940	113,533	
<i>Linear</i>	7893,940	1	7893,940	113,533	0,000002
<i>Resíduos</i>	625,768	9	69,530		
<i>Falta ajuste</i>	613,690	7	87,670	1,261	
<i>Erro puro</i>	12,078	2	6,039		
<i>Total</i>	8519,707	10			

* SQ = soma quadrática; ** GL = graus de liberdade; *** MQ = média quadrática

O comportamento do fluxo de permeado é representado na superfície de resposta tridimensional gerada da equação (9) (Figura 16).

O modelo gerado foi altamente significativo, pois o $F_{\text{calculado}}$ foi vinte e duas vezes maior que o F_{tabelado} (= 5,12), para um teste com nível de significância de 5%. O modelo também não apresentou falta de ajuste, pois $F_{\text{calculado}}$ para a falta de ajuste foi menor que o F_{tabelado} (= 3,29). O coeficiente de correlação (r) foi de 0,92. Para a obtenção do valor do fluxo de permeado através da equação (9), o valor da variável independente v deve estar em sua forma codificada (Tabela 5).

Segundo o modelo gerado, o aumento da velocidade tangencial aumenta o fluxo de permeado global. Quando a velocidade tangencial aumenta, a turbulência provocada promove uma mistura maior do fluido próximo à superfície da membrana. Isso reduz a camada gel polarizada, pois arrasta os sólidos acumulados e facilita a permeação dos componentes.

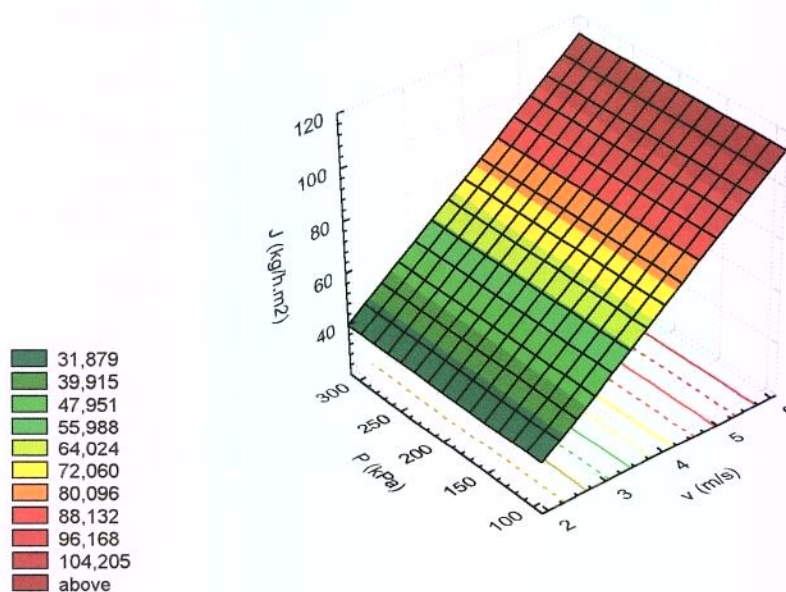


Figura 16. Superfície de resposta, em 3D, para a resposta fluxo de permeado global em função da velocidade tangencial e da pressão transmembrana

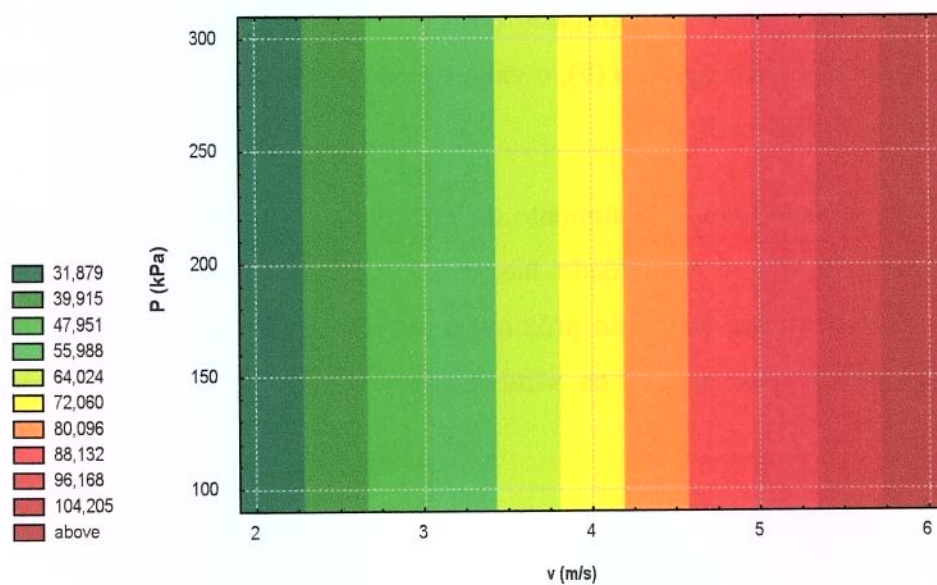


Figura 17. Superfície de contorno, para a resposta fluxo de permeado global em função da velocidade tangencial e da pressão transmembrana

A verificação da adequação do modelo aos dados experimentais e a validação das suposições feitas durante a construção do modelo estão no Anexo IV.

Como pode ser visto na Figura 17, a variação na velocidade tangencial aumentou sensivelmente o fluxo de permeado global. Como a pressão transmembrana não teve influência significativa no fluxo de permeado global pode-se trabalhar com pressões entre 90 e 310 kPa.

Efeito da velocidade tangencial e da pressão transmembrana na porcentagem de variação da relação Cs/Pt

A análise dos resultados apresentados na Tabela 16 permite afirmar que, para as condições estudadas, a interação velocidade versus pressão transmembrana e a variável velocidade exerceram efeito sobre a porcentagem de variação da relação Cs/Pt durante o processo de microfiltração.

O modelo gerado para a porcentagem de variação, através dos dados da Tabela 10, pode ser visto abaixo:

$$Z = 3,04 + 1,82 X + 1,80 X.Y \quad (10)$$

onde Z = % variação, X = nível codificado da velocidade tangencial e Y = nível codificado da pressão transmembrana.

Os efeitos não significativos estatisticamente, a 95% de confiança, foram excluídos do modelo, sendo incorporados no resíduo total.

A natureza da relação entre velocidade tangencial e pressão transmembrana é representada na superfície de resposta tridimensional gerada da equação desenvolvida da análise matemática (Figura 18).

Tabela 19. Estimativa dos efeitos e seus desvios padrão para a resposta % variação Cs/Pt

	<i>Efeito</i>	<i>Desvio padrão</i>	<i>p valor</i>
<i>Constante</i>	3,040909	0,176244	0,000000
<i>Efeito v</i>	1,815152	0,415410	0,002382
<i>Interação v P</i>	1,800000	0,584534	0,015131

O teste F é geralmente usado para verificar se a regressão é estatisticamente significativa (MONTGOMERY, 1997). A análise de variância para o modelo de % variação da relação Cs/Pt se encontra na Tabela 20.

O modelo gerado foi altamente significativo, pois o $F_{\text{calculado}}$ para a Regressão foi mais de três vezes maior que o F_{tabelado} (= 4,46), para um teste com nível de significância de 5%. O modelo também não apresentou falta de ajuste, pois $F_{\text{calculado}}$ para a falta de ajuste foi menor que o F_{tabelado} (= 3,58). O coeficiente de correlação (r) foi de 0,73. Para a obtenção do valor da % variação através da equação (10), os valores das variáveis independentes (velocidade e pressão transmembrana) devem estar em sua forma codificada (Tabela 5).

Tabela 20. Tabela de Análise de Variância para a resposta % variação Cs/Pt

	<i>SQ</i>	<i>GL</i>	<i>MQ</i>	<i>F</i>	<i>p valor</i>
<i>Regressão</i>	9,76365	2	4,881825	14,288	
<i>Linear</i>	6,52365	1	6,52365	19,093	0,002382
<i>Interação</i>	3,24000	1	3,24000	9,482	0,01531
<i>Resíduos</i>	2,73344	8	0,341680		
<i>Falta ajuste</i>	2,72537	6	0,454228	1,329	
<i>Erro puro</i>	0,00807	2	0,004033		
<i>Total</i>	12,49709	10			

* SQ = soma quadrática; ** GL = graus de liberdade; *** MQ = média quadrática

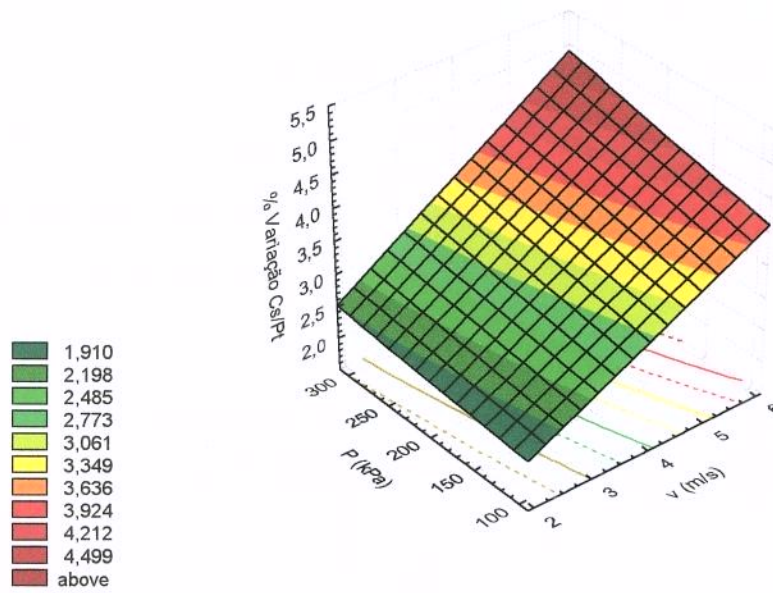


Figura 18. Superfície de resposta, em 3D, para a resposta % variação Cs/Pt em função da velocidade tangencial e da pressão transmembrana

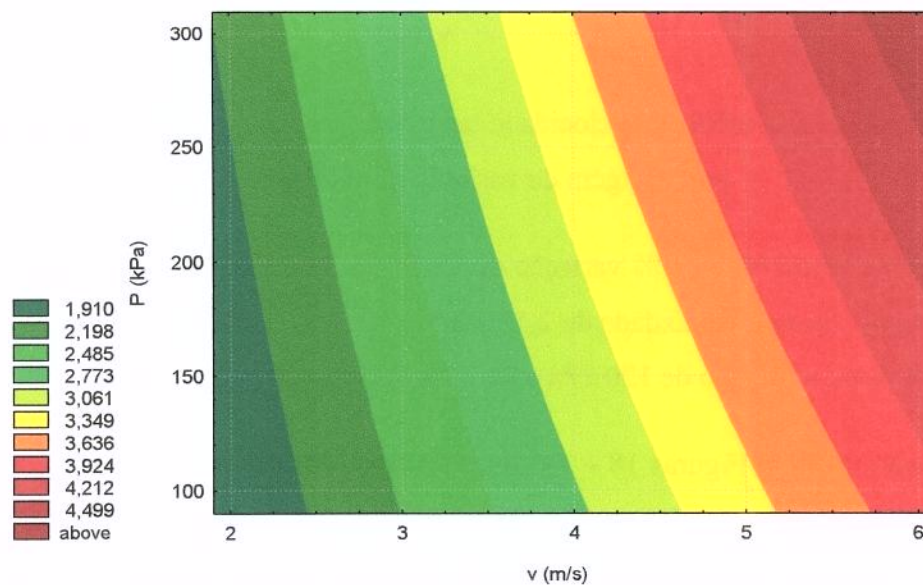


Figura 19. Superfície de contorno para a resposta % variação Cs/Pt em função da velocidade tangencial e da pressão transmembrana

A verificação da adequação do modelo aos dados experimentais e a validação das suposições feitas durante a construção do modelo estão no Anexo IV.

Segundo MONTGOMERY (1997) o efeito principal de uma variável somente deve ser interpretado individualmente se não houver nenhuma evidência que a variável interage com outras. Portanto, quando houver evidência de interação entre os efeitos, eles devem ser considerados em conjunto.

A velocidade interagiu com a pressão transmembrana, por isso a interpretação dos efeitos de velocidade e pressão foi feita em conjunto, pelo exame da Figura 20.

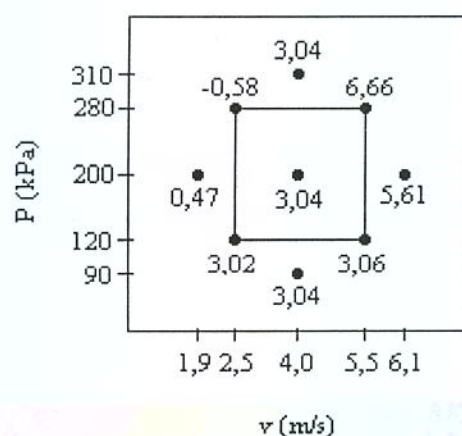


Figura 20. Efeito médio da velocidade tangencial e da pressão transmembrana na porcentagem de variação de Cs/Pt

O efeito da velocidade na % variação de Cs/Pt foi maior a pressão transmembrana mais alta. Aumentando-se a velocidade de 2,5 para 5,5 m/s a % variação de Cs/Pt aumentou de 0,04 unidades para a pressão de 120 kPa e de 7,24 unidades para a pressão de 280 kPa.

A equação (10) e a Figuras 18 e 19 indicam que para se obter um concentrado de caseína com alto teor de caseína (razão Cs/Pt elevada em relação à razão Cs/Pt da alimentação) deve-se trabalhar com velocidades tangenciais maiores que 5,7 m/s e pressão transmembrana acima de 240 kPa. Embora a análise pontual seja importante, a informação mais útil está na obtenção de uma região onde a porcentagem da variação Cs/Pt seja máxima, dentro da faixa estudada (Figura 19). Se o modelo pudesse ser extrapolado,

valores ainda maiores deveriam ser obtidos aumentando-se a velocidade tangencial e a pressão transmembrana.

Na faixa de pressão transmembrana e velocidade tangencial estudadas neste trabalho as superfícies de resposta obtidas para a porcentagem de variação de C_s/P_t a para o fluxo de permeado global não apresentaram curvatura significativa, portanto não foi possível encontrar o ponto ótimo para as condições operacionais do processo de obtenção de caseína por microfiltração. Segundo MONTGOMERY (1997), caso a superfície não apresente curva significativa na região experimental, é preciso realizar experimentos sequenciais para buscar a região em que se encontra a condição ótima.

V. CONCLUSÕES

O processo de fracionamento das proteínas do leite através de microfiltração/diafiltração de leite desnatado, utilizando membrana cerâmica, com diâmetro de poro médio de 0,1 μm , resultou em concentrados de caseína com elevado teor de caseína, em média com $83 \pm 3\%$ de caseína, em base seca, e uma relação Cs/Pt de $0,96 \pm 0,02$.

A composição do concentrado variou com o decorrer da microfiltração. Após a etapa de concentração até fator de concentração quatro, verificou-se uma redução de lactose e NNP em relação ao produto inicial. Os quatro ciclos de diafiltração contribuíram de forma significativa para o aumento relativo da concentração da proteína e da caseína. Os teores relativos de gordura e cinzas também aumentaram.

Fracionamento de gordura foi observado durante o processo, devido à distribuição de tamanho dos glóbulos de gordura. A velocidade tangencial exerceu influência significativa na concentração da gordura. Quanto maior a velocidade empregada (dentro da faixa de velocidade estudada) maior a concentração de gordura.

A relação Cs/Pt mais elevada foi encontrada na condição velocidade tangencial de 5,5 m/s e pressão transmembrana de 280 kPa, seja para o fator de concentração quatro ou após os quatro ciclos de diafiltração, cujos valores de Cs/Pt foram, 0,951 e 0,975, respectivamente. Esses valores foram iguais ou um pouco acima dos valores observados na literatura.

A interação entre a velocidade tangencial e a pressão transmembrana afetaram a porcentagem de variação da relação Cs/Pt. Aumentando a velocidade tangencial e a pressão transmembrana, obteve-se um produto com maior concentração de caseína em relação a proteína e em relação à quantidade de caseína inicial.

Na faixa de condições operacionais estudada, com velocidade tangencial entre 1,9 e 6,1 m/s e pressão transmembrana entre 90 e 310 kPa, verificou-se valores de fluxo de

permeado no fator de concentração quatro entre 15,33 e 63,36 kg/h.m², enquanto que o valor do fluxo de permeado global esteve entre 32,04 e 116,80 kg/h.m². A melhor condição para o fluxo de permeado foi de velocidade tangencial de 6,1 m/s e pressão transmembrana 200 kPa. Após o início da diafiltração verificou-se um aumento no fluxo de permeado, em função da retirada parcial ou total de lactose, proteínas do soro e cinzas, da camada gel polarizada da membrana.

A velocidade tangencial exerceu influência significativa sobre o fluxo de permeado. Quanto maior a velocidade maior foi o fluxo de permeado global. Já o efeito da pressão transmembrana não foi estatisticamente significativo.

VI. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Algumas sugestões para trabalhos futuros:

- Operar o sistema a pressão transmembrana constante, ou seja, fazendo a recirculação de permeado, para se obter um fluxo de permeado mais estável;
- Trabalhar com velocidades tangenciais maiores que 6,1 m/s, respeitando o limite do sistema, que foi o que indicou a Análise de Superfície de Resposta, visando maior fluxo de permeado e maior relação Cs/Pt;
- Reduzir o teor de gordura, através da microfiltração do leite desnatado em uma membrana com diâmetro de poro médio de 0,8 – 0,9 μm , previamente à microfiltração/diafiltração na membrana com diâmetro de poro de 0,1 μm . Dessa forma, o concentrado de caseína atingiria maior grau de pureza, tendo reflexo em certas propriedades funcionais;
- Fazer análise de propriedades funcionais dos concentrados de caseína;
- Trabalhar com leite fluido, sem ter sofrido algum tipo de tratamento térmico excessivo.

VII. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. AOAC. **Official methods of analysis of AOAC international** 16^a Ed., Washington, D. C., Assoc. Official Analytical Chemists, 1995.
2. BENNASAR, M.; TARODO DE LA FUENTE, B. Model of the fouling mechanism and of the working of a mineral membrane in tangential filtration, **Sciences des Aliments**, 7: 647-655, 1987.
3. BIRD, J. The application of membrane systems in the dairy industry, **Journal of the Society of Dairy Technology**, 49 (1): 16-23, 1996.
4. BRULE, G.; FAUQUANT, J.; MAUBOIS, J. L. Preparation of "native" phosphocaseinate by combining membrane ultrafiltration and ultracentrifugation, **Journal of Dairy Science**, 62 (6): 869-875, 1978.
5. BURGESS, K. J. Protein standardization, **International Journal of Dairy Technology**, 50 (1): 14-18, 1997.
6. CHERYAN, M. **Ultrafiltration Handbook**, Technomic Publishing Co., Inc., Lancaster, 1986.
7. CHERYAN, M.; ALVAREZ, J. R. Food and beverage industry applications. In: **Membrane Separations Technology – Principles and Applications**, Edited by R. D. Noble; S. A. Stern, Elsevier, Amsterdam, Cap. 9 (Milk Microfiltration): 435-439, 1995.
8. CHERYAN, M.; NICHOLS, D. J. Modelling of membrane processes. In: **Mathematical Applied Modelling of Food Processing Operations**, Elsevier Applied Science, London, Cap. 2: 49-98, 1992.
9. DAUFIN, G.; MERIN, U. Fouling of inorganic membranes in filtration processes of dairy products. In: **Fouling and Cleaning in Pressure Driven Membrane Processes**, International Dairy Federation. Brussels. Cap. 3: 53-65, 1995.
10. DINKOV, K.; ANDREEV, A.; PANAIOTOV, P. Separation of casein and whey proteins of cow milk using two types of ultrafiltration, **Milchwissenschaft**, 52 (3): 127-130, 1997.

11. EVANS, E. W. Uses of milk proteins in formulated foods. In: **Developments in Food Proteins – I**, Applied Science Publishers Ltd, London, Cap. 4: 131-169, 1982.
12. FAUQUANT, J.; MAUBOIS, J. L.; PIERRE, A. Microfiltration du lait sur membrane minerale, **Technique Laitere & Marketing**, 1028: 21-23, 1988.
13. FIL-IDF 29. **Determination of casein content of milk**, International Dairy Federation, Brussels, 1964.
14. FITZGERALD, R. J. Potencial uses of caseinophosphopeptides, **International Dairy Journal**, 8 (5-6): 451-457, 1998.
15. GAREM, A.; SCHUCK, P.; MAUBOIS, J. L. Cheesemaking properties of a new dairy-based powder made by a combination of microfiltration and ultrafiltration, **Lait**, 80 (1): 25-32, 2000.
16. GÉSAN, G.; DAUFIN, G.; BOUSSER, C.; KRACK, R. Cleaning of inorganic membranes after whey and milk crossflow microfiltration, **Milchwissenschaft**, 51 (12): 687- 691, 1996.
17. GÉSAN-GUIZIOU, G.; BOYAVAL, E.; DAUFIN, G. Critical stability conditions in crossflow microfiltration of skimmed milk: transition to irreversible deposition, **Journal of Membrane Science**, 158: 211-222, 1999a.
18. GÉSAN-GUIZIOU, G.; DAUFIN, G.; BOYAVAL, E. Critical stability conditions in skimmed milk crossflow microfiltration: impact on operating modes, **Lait**, 80 (1): 129-140, 2000.
19. GÉSAN-GUIZIOU, G.; DAUFIN, G.; BOYAVAL, E.; LE BERRE, O. Wall shear stress: effective parameter for the characterisation of the cross-flow transport in turbulent regime during skimmed milk microfiltration, **Lait**, 79 (3): 347-354, 1999b.
20. HABERT, A. C.; BORGES, C. P.; NOBREGA, R. **Processos de Separação com Membranas**. Apostila referente às aulas do curso da Escola Piloto em Engenharia Química, COPPE/UFRJ, Rio de Janeiro, 1997.
21. HARDHAM, J. F. Effect of protein standardisation of milk by addition of UF milk permeate on the composition and storage stability of UHT processed milk, **The Australian Journal of Dairy Technology**, 53 (1) 22-27, 1998.

22. HORTON, B. S. Microfiltration - where is it headed ?, **The Australian Journal of Dairy Technology**, 52 (1): 58-59, 1997.
23. INTERNATIONAL DAIRY FEDERATION. World Dairy Situation: Industrial Milk Treatment and Processing, **Bulletin of the International Dairy Federation**, 333, Cap. 2: 7-12, 1998.
24. JOST, R.; BRANDSMA, R.; RIZVI, S. Protein composition of micellar casein obtained by cross-flow micro-filtration of skimmed milk, **International Dairy Journal**, 9 (3-6): 389-390, 1999.
25. JOST, R.; JELEN, P. Cross-flow microfiltration - na extension of membrane processing of milk and whey, **Bulletin of the International Dairy Federation**, 320: 9-15, 1997
26. KELLY, P. M.; KELLY, J.; RAJ MEHRA; OLDFIELD, D. J.; RAGGETT, E.; O'KENNEDY, B. T.; MEHRA, R. Implementation of integrated membrane processes for pilot scale development of fractionated milk components, **Lait**, 80 (1): 139-153, 2000.
27. KELLY, P. M.; TUOHY, J. J. The effectiveness of microfiltration for the removal of microorganisms, **Bulletin of the International Dairy Federation**, 320: 26-31, 1997.
28. KERSTEN, M.; HINRICHS, J. "Native" Caseinkonzentrate durch Mikrofiltration, **Deutsche Milchwirtschaft**, 51 (7): 312-315, 2000.
29. KESSLER, H. G. Engineering aspects of currently available technological processes, **Bulletin of the International Dairy Federation**, 320: 16-25, 1997.
30. KUO, K.; CHERYAN, M. Ultrafiltration acid whey in spiral-wound unit: effect of operating parameters on membrane fouling, **Journal of Food Science**, 48: 1113-1118, 1983.
31. LE BERRE, O.; DAUFIN, G. Microfiltration (0,1 μm) of milk: effect of protein size and charge, **Journal of Dairy Research**, 65 (3): 443-455, 1998.

32. LE BERRE, O.; DAUFIN, G. Skimmilk crossflow microfiltration performance versus permeation flux to wall shear stress ratio, **Journal of Membrane Science**, 117: 261 – 270, 1996.
33. LU, W.-M.; JU, S.-C. Selective particle deposition in crossflow filtration, **Separation Science and Technology**, 24 (7,8): 517-540, 1989.
34. MADEC, M. N.; MEJEAN, S.; MAUBOIS, J. L. Retention of Listeria and Salmonella cells contaminating skim milk by tangential membrane microfiltration ("Bactocatch" process), **Le Lait**, 72 : 327-332, 1992.
35. MARSHALL, A. D.; DAUFIN, G. In: **Fouling and Cleaning in Pressure Driven Membrane Processes**. International Dairy Federation, Brussels, Cap. 1: 8-35 , 1995.
36. MARSHALL, A. D.; MUNRO, P. A.; TRAGARDH, G. Design and development of a cross-flow membrane rig to compare constant pressure and constant flux operation in ultrafiltration and microfiltration, **Food and Bioproducts Processing**; 74 (C2) 92-100, 1996.
37. MAUBOIS, J. L. Current uses and future perspectives of MF technology in the dairy industry, **Bulletin of the International Dairy Federation**, 320: 26-31, 1997.
38. MAUBOIS, J. L. Separation, extraction and fractionation of milk protein components. In: RAYMOND, W. F.; LARVOR, P. (Ed.) **Alternative Uses for Agricultural Surpluses**, Elsevier Applied Science, London: 77-85, 1986.
39. MAUBOIS, J. L.; OLLIVIER, G. Milk protein fractionation. In: **New Applications of membrane processes**, International Dairy Federation, Brussels, Cap. 2: 15-22, 1992.
40. MAUBOIS, J. L.; PIERRE, A.; FAUQUANT, J.; PIOT, M. Industrial fractionation of main whey proteins, **Bulletin of the International Dairy Federation**, 212: 154-159, 1987.
41. MERIN, U; CHERYAN, M. Factors affecting the mechanism of flux decline during ultrafiltration of Cottage cheese whey, **Journal of Food Preservation**, 4: 183-197, 1980.

42. MONTGOMERY, D. C. **Introduction to Statistical Quality Control**, John Wiley & Sons, Inc., New York, 1997.
43. MORR, C. V. Production and use of milk proteins in food, **Food Technology**, 38 (7): 39-48, 1984.
44. MORR, C. V., COONEY, C. M., RICHERT, S. H., BALAZS, I. Effect of lipids upon foaming properties of whey protein concentrates, **Journal of Dairy Science**, 56 (5): 635-637, 1973.
45. MULVIHILL, D. M. Production, functional properties and utilization of milk protein products. In: **Advanced Dairy Chemistry. Vol. 1 – Proteins**, Blackie Academic & Professional, London, Cap. 9: 369-404, 1992.
46. OSTERLAND, N. New developments in membrane processing. **XXV International Dairy Congress**, Aarhus, Denmark, 21-24 september, International Dairy Federation, 30-31, 1998.
47. PAQUIN, P. The key to added value: fractionation and the use of milk constituents, **Canadian Journal of Animal Science**, 78: Supplement 149-157, 1998.
48. PEARCE, R. J. Fractionation of milk proteins, **Bulletin of the International Dairy Federation**, 311: 7, 1996.
49. PIERRE, A.; FAUQUANT, J.; LE GRAET, Y.; PIOT, M.; MAUBOIS, J. L. Préparation de phosphocaseinate natif par microfiltration sur membrane, **Le Lait**, 72 : 461-474, 1992.
50. POMPEI, C.; RESMINI, P.; PERI, C. Skim milk protein recovery and purification by ultrafiltration. Influence of temperature on permeation rate and retention, **Journal of Food Science**, 38: 867-870, 1973.
51. POULIOT, M.; POULIOT, Y.; BRITTEN, M. On the conventional cross-flow microfiltration of skim milk for the production of native phosphocaseinate, **International Dairy Journal**, 6 (1): 105-111, 1996.
52. PUHAN, Z. Protein standardization as an international issue, **Bulletin of the International Dairy Federation**, 311: 5-6, 1996.
53. RENNER, E.; ABD EL-SALAM, M. H. **Application of ultrafiltration in the dairy industry**, Elsevier Applied Science, London, 1991.

54. ROLLEMA, H. S. Casein association and micelle formation. In: **Advanced Dairy Chemistry. Vol. 1 – Proteins**, Blackie Academic & Professional, London, Cap. 3: 111-140, 1992.
55. ROSENBERG, M. Current and future applications for membrane processes in the dairy industry, **Trends in Food Science & Technology**, 6 (1): 12-19, 1995.
56. SABOYA, L. V.; MAUBOIS, J. L. Current developments of microfiltration technology in the dairy industry, **Lait**, 80: 541-553, 2000.
57. SACHDEVA, S.; BUCHHEIM, W. Separation of native casein and whey proteins during crossflow microfiltration of skim milk, **The Australian Journal of Dairy Technology**, 52 (2): 92-97, 1997.
58. SACHDEVA, S.; BUCHHEIM, W. Separation of native casein and whey proteins during crossflow microfiltration of skim milk, **Australian Journal of Dairy Technology**, 52 (2): 92-97, 1997.
59. SAMUELSSON, G.; DEJMEK, P.; TRAGARDH, G.; PAULSSON, M. Minimizing whey protein retention in cross-flow microfiltration of skim milk, **International Dairy Journal**, 7: 237-242, 1997b.
60. SAMUELSSON, G.; DEJMEK, P.; TRAGARDH, G.; PAULSSON, M. Rennet coagulation of heat-treated retentate from crossflow microfiltration of skim milk, **Milchwissenschaft**, 52 (4): 187-192, 1997a.
61. SCHUCK, P.; PIOT, M.; MÉJEAN, S.; FAUQUANT, J.; BRULÉ, G.; MAUBOIS, J. L. Déshydratation des laits enrichis en caséine micellaire par microfiltration; comparaison des propriétés des poudres obtenues avec celles d'une poudre de lait ultra-propre, **Le Lait**, 74 (1): 47-63, 1994.
62. SMITHERS, G. Value added milk protein products, **Australasian Biotechnology**, 1 (1): 36-39, 1991.
63. SOBRINHO, A. R. C. A caseína e sua indústria, **Boletim do Leite e seus Derivados**, 9 (108): 23-27, 1937.
64. SOUTHWARD, C. R. Uses of casein and caseinates. In: **Developments in Dairy Chemistry. Vol. 4**, Elsevier Applied Science, London, Cap. 5: 173-244, 1989.

65. SOUTHWARD, C. R. Utilisation of milk components: casein.. In: **Modern Dairy Technology. Vol. 1**, Chapman & Hall, London, Cap. 8: 375-432, 1994.
66. STEFFE, J. F. **Thermophysical Properties of Fluid Milk Products**. Disponível na Internet: <http://www.egr.msu.edu/~steffe/properties/fmp.html>. 10 maio, 2001.
67. SUREL, O.; FAMELART, M. H. Ability of ceramic membranes to reject lipids of dairy products, **The Australian Journal of Dairy Technology**, 50 (2): 36-40, 1995.
68. SUROWKA, K.; CELEJ, A. Partitioning of protein and some trace elements during 3-step ultrafiltration of skim milk through membranes of decreasing permeability, **Milchwissenschaft**, 51 (8): 426-431, 1996.
69. TURGEON, S. L.; ST-GELAIS, D. Combined effects of microfiltration and ultrafiltration on the composition of skim milk retentate, **Journal of Dairy Science**, 78 (Supl. 1): 128, 1995.
70. VASILJEVIC, T.; JELEN, P. Temperature effect on behavior of minerals during ultrafiltration of skim milk and acid whey, **Milchwissenschaft**, 54 (5): 243-246, 1999.
71. VIOTTO, L. A. Fracionamento das proteínas do leite utilizando membranas cerâmicas de micro e ultrafiltração. Campinas, 1997. Tese de Doutorado (Doutor em Engenharia de Alimentos) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP).
72. VIOTTO, W. H. Ultrafiltração de soro doce de queijo minas frescal. Efeito de pré-tratamentos do soro no desempenho da membrana e na composição e solubilidade do concentrado protéico de soro. Campinas, 1993. Tese de Doutorado (Doutora em Tecnologia de Alimentos) – Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP).
73. VUILLEMARD, J. C.; GAUTHIER, S.; PAQUIN, P. Les ingrédients à base de protéines laitières: obtention, propriétés et utilisations, **Lait**, 69 (4): 323-351, 1989.
74. WALSTRA, P. On the stability of casein micelles, **International Journal of Dairy Science**, 73 (8): 1965-1979, 1990.

ANEXOS

Anexo I. Descrição detalhada dos componentes do sistema de microfiltração

- TQ – Tanque de alimentação, aço inoxidável, parede tripla, com isolamento térmico, capacidade de 100 litros
- B – Bomba helicoidal (deslocamento positivo), marca Nemo, sanitária, modelo 2NEC50A; motor elétrico WEG, 7,5 HP; com controlador/inversor de frequência, marca Danfoss, modelo VLT® 6000 HVAC
- BL – Balança digital, capacidade para 20 kg, precisão de 0,005 kg, marca Marte, modelo LC 20
- BA – baldes plásticos, capacidade 10 litros
- MEM – Membrana cerâmica, suporte e membrana de alumina (Al_2O_3), diâmetro de poro 0,1 μm , comprimento 1,02 m, tubular, com 19 canais de 4 mm de diâmetro, área de permeação de 0,241 m^2 , marca Membralox®, da SCT (Société des Ceramiques Techniques), modelo 1P19-40
- FI – Medidor de vazão eletromagnético, marca Krohne, modelo IFS 4000/6, vazão 0 – 15 m^3/h , precisão 0,01 m^3/h ; com conversor de sinal modelo IFC 090K
- PI – Manômetro na entrada e na saída da “housing“, 0 – 10 bar, marca Zürich
- TI – Termômetro, 0 – 100°C, marca Zürich
- V1, V2, V6, V7 – Válvula borboleta
- V3, V4 – Válvula micrométrica
- V5 – Válvula amostradora (amostragem de retentado) e eliminadora de ar

Preparo da água deionizada:

- Filtro para água, marca Aqualar, CUNO Latina Ltda., modelo AP230 E
- Deionizador, marca Permution, E. J. Krieger & Cia. Ltda., modelo DE 1800

Pesagem da água para diafiltração:

- Balança digital, capacidade para 15 kg, precisão de 0,005 kg, marca Filizola, modelo BP15

Dissolução do leite em pó:

- Homogeneizador, Janke & Kunkel GmbH U. Co. KG, marca Ika-Werk, modelo Ultra Turrax

Anexo II. Descrição do procedimento adotado para realização de um experimento

1. Ligar balanças, bomba, resistência
2. Pesar leite em pó
3. Aquecer água deionizada para dissolver leite em pó (50-60°C)
4. Preparar frascos para amostra (deixá-los em água clorada, a 180 ppm, por 15 min)
5. Preparar conexões para água na camisa do tanque de alimentação (caso seja necessário aquecer o produto)
6. Preparar banho de gelo para amostras
7. Dissolver leite em pó
8. Aquecer a unidade, gradualmente, usando a resistência elétrica, até 50°C, com água deionizada
9. Estabelecer condições operacionais (vazão e pressão transmembrana) com água – deixar 15 min operando a 50°C
10. Abrir válvula V5 para eliminação de ar do sistema
11. Reduzir um pouco a pressão transmembrana (abrindo a válvula V3), para o experimento não iniciar a uma pressão muito elevada
12. Preparar mangueira para coleta de permeado
13. Drenar água, abrindo as válvulas V6 (da carcaça da bomba) e V7 (da curva)
14. Fechar válvulas V1 (do tanque), V6 e V7
15. Carregar o tanque com o leite reconstituído. Misturar, abrir válvula V1

16. Coletar amostra da alimentação e medir pH
17. Iniciar o experimento
18. Ligar a bomba e assim que cair a primeira gota de permeado no balde, colocado na balança, acionar o cronômetro
19. Ajustar rapidamente as válvulas V3 e V4 e a frequência da bomba, a fim de se obter as condições operacionais desejadas de pressão transmembrana e velocidade tangencial
20. Se necessário ajustar a temperatura do leite circulando água quente ou fria na camisa do tanque
21. Registrar o tempo, massa de permeado coletada e as condições operacionais, fazendo os devidos ajustes para manter a unidade sob condições constantes de pressão transmembrana, vazão e temperatura, durante a concentração e a diafiltração
22. Aquecer água, a 50°C, para os CD's. Massa de água = número de CD's x massa de retentado ao final da concentração (= 80 kg de água deionizada)
23. Amostrar concentrados em FC = 2 e 4 e CD = 2 e 4 e permeado médio. Imergir as amostras em banho de gelo e posteriormente conservá-las em geladeira
24. Aquecer água para limpeza da unidade (60°C).

Anexo III. Descrição do procedimento adotado para limpeza da membrana

- Iniciar drenando todo o retentado da unidade
- Pesar o retentado recolhido
- Enxaguar tanque e bomba com água filtrada fria (fechar a válvula V2)

- Lavar tanque com água e sabão
- Drenar toda a água
- Enxaguar com água deionizada
- Iniciar limpeza da membrana (abrir válvula V2):
 - frequência da bomba durante limpeza = 30 Hz
 - pressão = mínima (válvulas são mantidas abertas)

Tabela A1. Etapas para limpeza da membrana cerâmica

	<i>Operação</i>	<i>Conc. (p/p)</i>	<i>Agente</i>	<i>pH</i>	<i>T (°C)</i>	<i>Duração</i>	<i>Permeado</i>
1.	Enxágue		água		50°C		fechado
2.	Limpeza alcalina	1,5 %	Divos 124	12,5-13	60°C	15 min	fechado
3.	Enxágue		água		60°C		
4.	Limpeza alcalina	1,5 %	NaOH	12,5-13	60°C	30 min	aberto
5.	Enxágue		água		50°C		
6.	Desinfecção	150 ppm	ClONa	11-12	50°C	10 min	aberto
7.	Limpeza ácida	1%	ácido nítrico*	1-1,5	50°C	20 min	aberto
8.	Enxágue		água		50°C		

* NUNCA usar ácido fosfórico (ou P3-Ultrasil 50 e P3-Ultrasil 75)

- Checar fluxo de permeado com água deionizada. Se o valor estiver abaixo do valor normal para a membrana (Tabela A2), iniciar nova limpeza

Tabela A2. Fluxo de permeado médio da membrana, com água deionizada, a 50°C

<i>v</i> (m/s)	<i>P transmembrana</i> (kPa)	<i>Fluxo médio</i> (kg/h.m ²)
4,0	100	3050 ± 200
4,0	200	5100 ± 380
4,0	300	7300 ± 500

Anexo IV. Gráficos complementares à análise estatística dos dados de % variação da relação Cs/Pt e do fluxo de permeado, a FC=4

Anexo IV.1. Efeito da velocidade tangencial e da pressão transmembrana na porcentagem de variação da relação Cs/Pt

As Figuras A1 a A4 ajudam na verificação da adequação do modelo aos dados experimentais e na validação das suposições feitas durante a construção do modelo (o erro tem média zero, o erro tem variância constante, os erros não são correlacionados, o erro tem distribuição normal. Erro é a diferença entre o valor observado e o valor correspondente dado pelo modelo.).

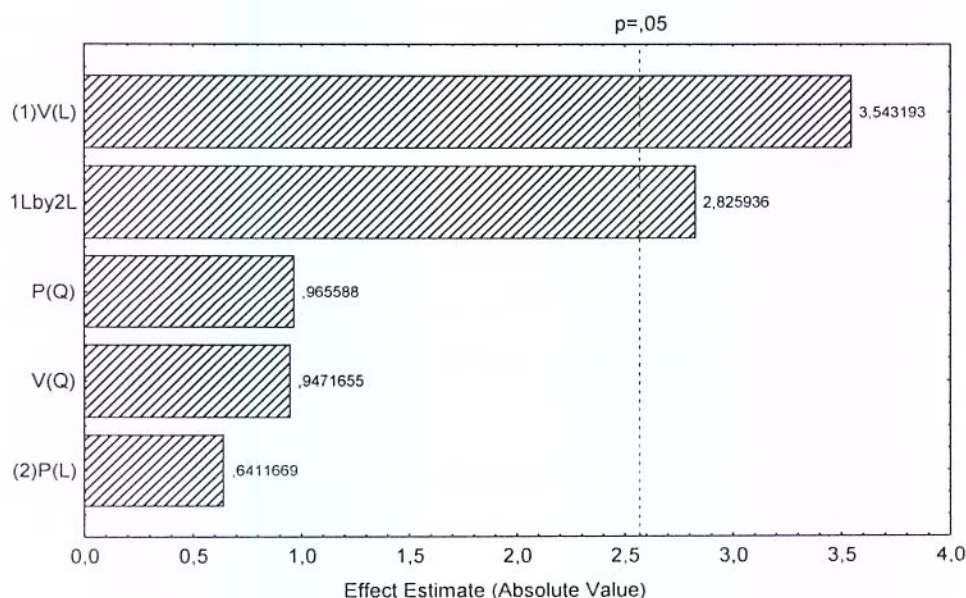


Figura A 1. Gráfico de pareto para os efeitos na % variação de Cs/Pt

Observa-se na Figura A1 que o efeito da velocidade e a interação velocidade *versus* pressão transmembrana são significantes.

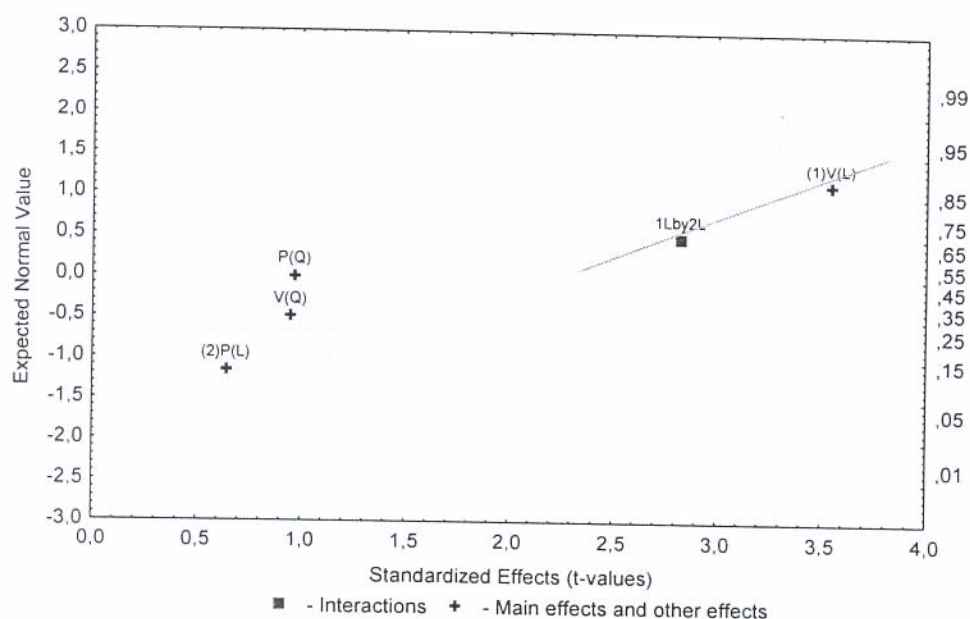


Figura A 2. Gráfico normal dos efeitos na % variação de Cs/Pt

Os dados apresentam distribuição aproximadamente normal (alinham-se ao longo de uma reta no gráfico probabilístico normal – Figura A2). O gráfico normal dos efeitos revela que o efeito da velocidade e a interação velocidade *versus* pressão transmembrana são significantes, os demais efeitos não são significantes.

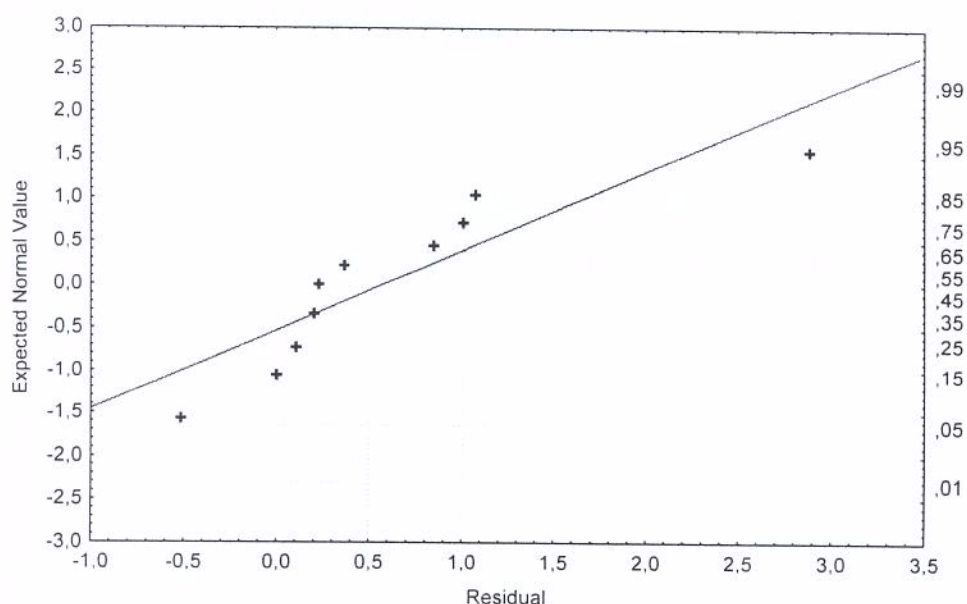


Figura A 3. Gráfico probabilístico normal de resíduo da % variação de Cs/Pt

A Figura A3 mostra que o desvio padrão segue uma distribuição normal (resíduos aproximadamente alinhados em torno de uma reta), confirmando a suposição usada para o diagnóstico do ajuste do modelo aos dados experimentais.

A Figura A4 mostra os gráficos dos resíduos versus cada fator ou interação.

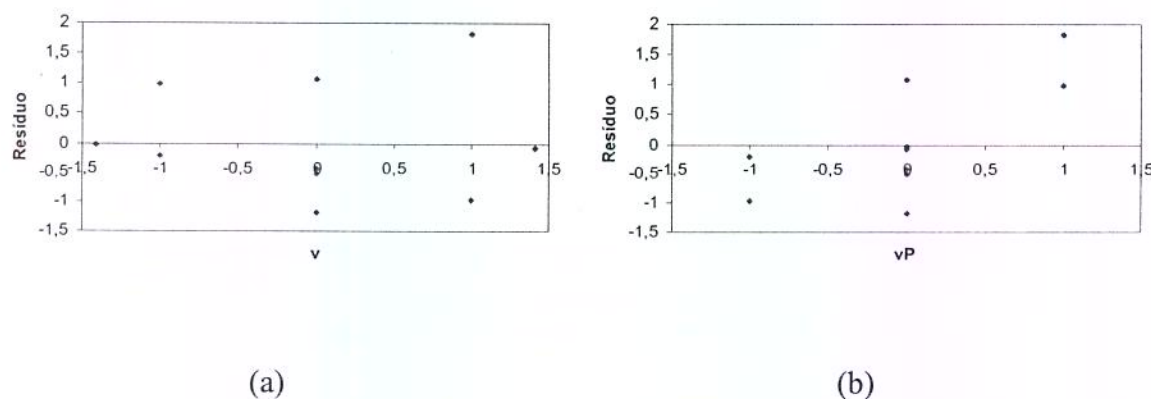


Figura A 4. Gráfico dos resíduos versus a velocidade tangencial (a) e versus a interação vP (b), para a % variação de Cs/Pt

Anexo IV.2. Efeito da velocidade tangencial e da pressão transmembrana no fluxo de permeado global

As Figuras A5 a A8 ajudam na verificação da adequação do modelo aos dados experimentais e na validação das suposições feitas durante a construção do mesmo.

Observa-se na Figura A5 que somente o efeito da velocidade é significativo.

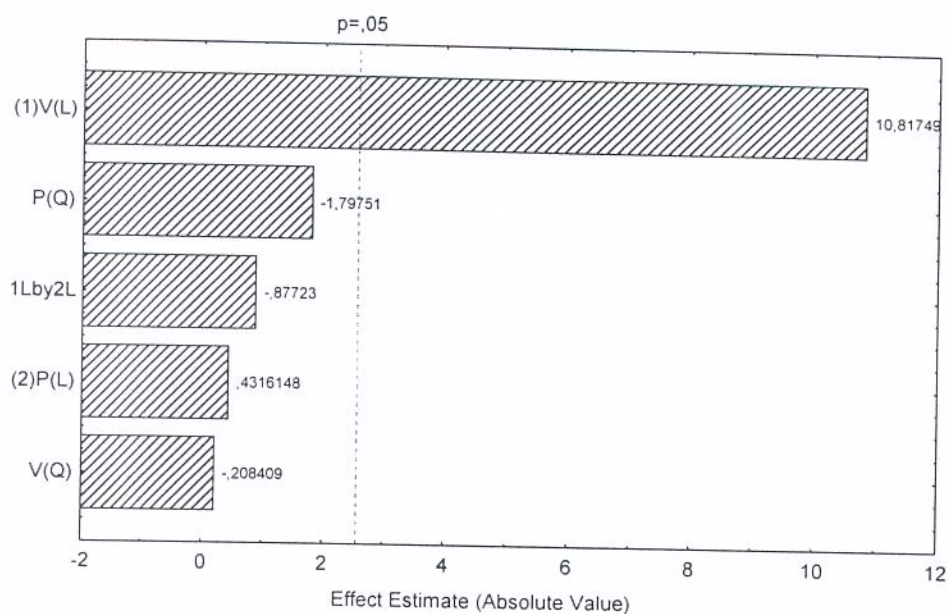


Figura A 5. Gráfico de pareto dos efeitos no fluxo de permeado

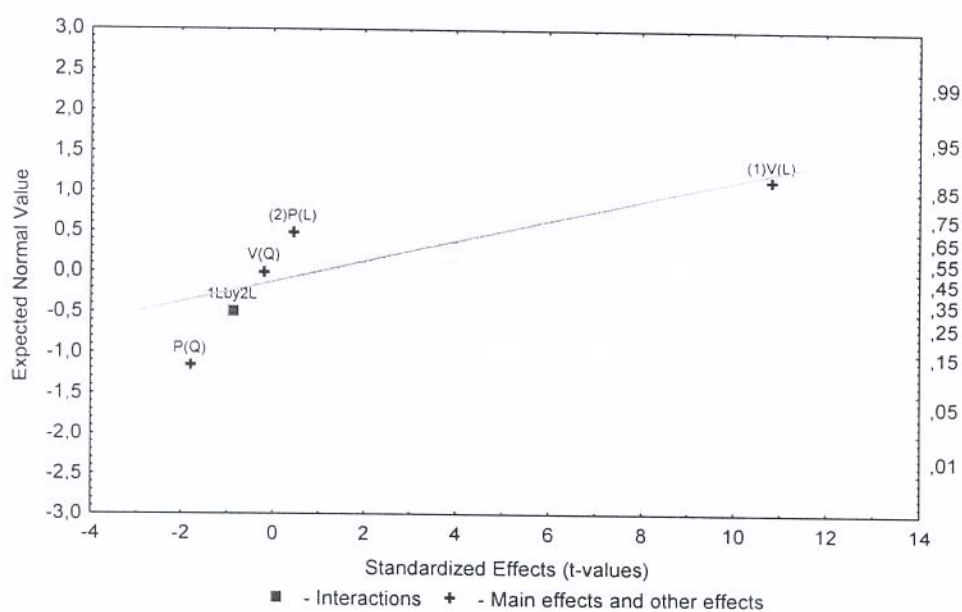


Figura A 6. Gráfico normal dos efeitos no fluxo de permeado

Os dados apresentam distribuição aproximadamente Normal (alinham-se ao longo de uma reta no gráfico probabilístico normal – Figura A6). E o efeito significativo é:

velocidade (pois os demais efeitos e interação possuem média próxima a zero, nesse gráfico).

A Figura A7 mostra que o desvio padrão segue uma distribuição normal (resíduos aproximadamente alinhados em torno de uma reta), confirmando a suposição usada para o diagnóstico do ajuste do modelo aos dados experimentais.

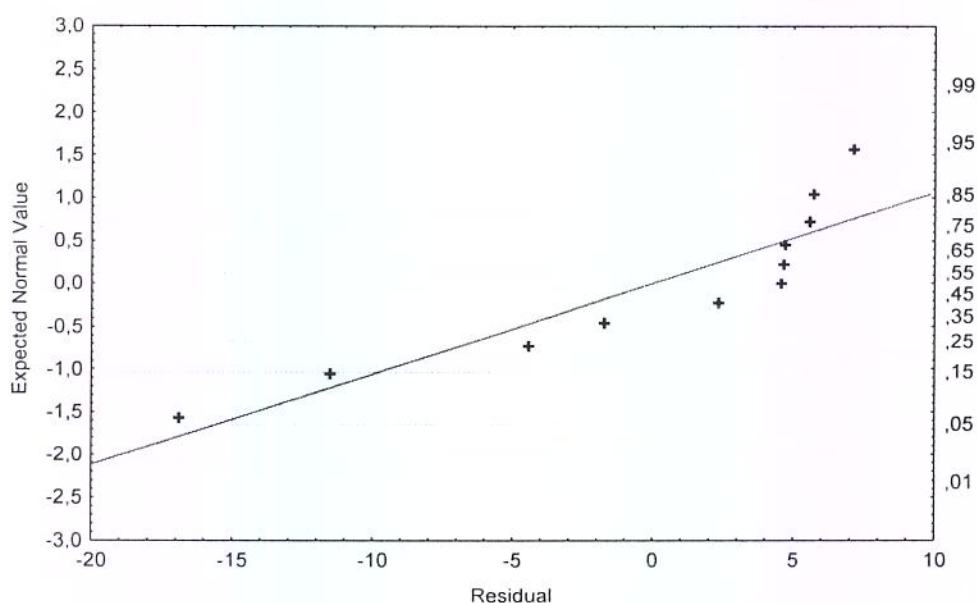


Figura A 7. Gráfico probabilístico normal de resíduo para o fluxo de permeado

A Figura A8 mostra o gráfico dos resíduos versus o fator velocidade.

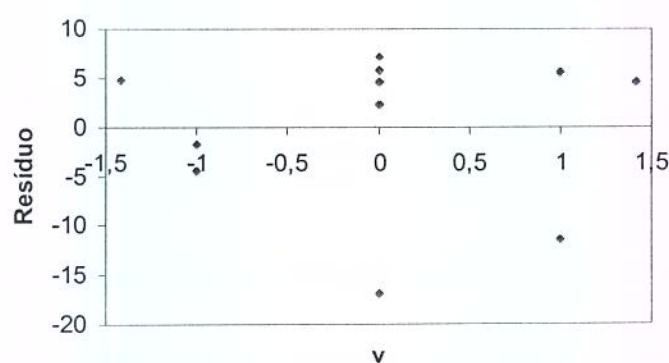


Figura A 8. Gráfico dos resíduos versus a velocidade tangencial para o fluxo de permeado

Anexo V. Dados relativos ao fluxo de permeado e mudança da composição do leite desnatado durante as microfiltrações

A seguir são descritos alguns cálculos que foram utilizados para se obter os resultados mostrados neste Anexo.

Anexo V.1. Cálculos das porcentagens de proteína e lactose

$$\%Pt = 6,38 * (\% NT - \% NNP)$$

$$\%Cs = 6,38 * (\% NT - \% NNC)$$

$$\%PS = 6,38 * (\% NNC - \% NNP)$$

$$\%lactose = 100 - (\% Cinzas + \%Pt + 6,38*\%NNP + \%G)$$

Anexo V.2. Fluxo de permeado

$$J_p = \frac{\Delta m}{\Delta t.A},$$

onde: J_p = fluxo de permeado (kg/h.m^2); Δm = massa de permeado recolhida no intervalo de tempo (kg); Δt = intervalo de tempo (min); A = área de permeação da membrana (m^2).

Anexo V.3. Aumento do fluxo de permeado com o processo de diafiltração

$$\text{Aumento do fluxo} = \frac{\text{fluxo final dos CD's}}{\text{fluxo final dos CD's} - \text{fluxo FC} = 4} \times 100$$

Anexo V. 4. Cálculo do erro experimental das análises químicas

$$\text{Medida do erro experimental} = DP = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

onde: DP = desvio padrão, n = número de replicações

Anexo V. 5. Cálculo do Re inicial

O número de Reynolds no início do processo de microfiltração do leite desnatado foi calculado.

Sabe-se que $Re = \frac{\rho v d_h}{\mu}$,

onde ρ = densidade do leite desnatado (1010 kg/m^3 , a 50°C), v = velocidade tangencial à superfície da membrana, d_h = diâmetro hidráulico (= diâmetro dos canais = 4 mm), μ = viscosidade do leite desnatado ($0,844 \times 10^{-3} \text{ kg/m.s}$, com $8,7\%$ de sólidos totais, a 50°C) (STEFFE, 2001).

Durante o processo o diâmetro hidráulico, a densidade e a viscosidade do retentado vão sendo modificados e esses novos valores não foram medidos neste trabalho.

Tabela A3. Re inicial para os experimentos

$v \text{ (m/s)}$	<i>Experimento</i>	<i>Re</i>
1,9	5	9095
2,5	1 e 3	11967
4,0	7 – 11	19147
5,5	2 e 4	26327
6,1	6	29199

Anexo V. 6. Cálculo do J/τ_w

A tensão de cisalhamento, τ_w , representa a força aplicada tangencialmente pelo fluido ao longo do elemento de área da membrana e pode ser definida como:

$$\tau_w = \frac{d_h \cdot \Delta P}{4 \cdot L},$$

onde, d_h é o diâmetro hidráulico, L é o comprimento do elemento de membrana, ΔP é a queda de pressão longitudinal.

Assumindo que o fluido é incompressível, o fluxo é estacionário e negligenciando as forças da gravidade, as forças aplicadas pelo fluido são compensadas pelas forças resultantes da diferença de pressão na extremidade do elemento de membrana (LE BERRE & DAUFIN, 1996).

O diâmetro que permanece aberto ao fluxo, d_h , diminui durante o experimento, devido à deposição de micelas de caseína, microrganismos, etc., na superfície da membrana. Segundo GÉSAN-GUIZIOU *et al* (1999) pode-se considerar d_h como sendo igual ao diâmetro inicial da membrana, pois a porcentagem máxima de variação no d_h ao longo do experimento é pequena e está incluída no erro específico de cada uma das outras variáveis (Re , v , τ_w).

A Tabela 4 apresenta os valores calculados para τ_w e para a razão J/τ_w para cada um dos experimentos.

Tabela A4. Desempenho da microfiltração em função da razão crítica J_f/τ_w

<i>Exp.</i>	J_f (kg/h.m ²)	ΔP (kPa)	τ_w (Pa)	J_{final}/τ_w	% variação Cs/Pt a FC=4
1	21,16	140	137,3	0,15	2,86
2	58,26	160	156,9	0,37	2,64
3	15,33	150	147,1	0,10	2,13
4	47,55	180	176,5	0,27	6,50
5	18,08	40	39,2	0,46	1,67
6	63,36	200	196,1	0,32	4,49
7	27,26	100	98,0	0,28	3,69
8	39,83	100	98,0	0,41	2,47
9	37,59	90	88,2	0,43	2,70
10	38,34	100	98,0	0,39	2,70
11	42,88	80	78,4	0,55	2,59

Experimento No. 1

Matéria prima: 80 kg LP desnatado reconstituído
 pH = 6,56
 Membrana: Membralox - 0,1 mm - A = 0,241 m²
 T = 50 °C
 v = 2,5 m/s => Vazão = Q = 2,15 m³/h
 P transm = 1,2 bar
 FC = 4; CD = 0

Tabela A5. Fluxo de permeado e condições de operação para o experimento 1

tempo (min)	peso perm. (kg)	FC	Δt (min)	Δ peso perm. (kg)	fluxo (kg/m ² .h)	T (°C)	P1 (bar)	P2 (bar)	Q (m ³ /h)
0									
1	0,230	1,00	1	0,23	57,26	49,5	2,4	1,0	2,15
2	0,480	1,01	1	0,25	62,24				
3	0,730	1,01	1	0,25	62,24				
4	0,985	1,01	1	0,26	63,49				
5	1,235	1,02	1	0,25	62,24				
6	1,485	1,02	1	0,25	62,24				
7	1,730	1,02	1	0,25	61,00				
8	1,980	1,03	1	0,25	62,24				
9	2,230	1,03	1	0,25	62,24				
10	2,480	1,03	1	0,25	62,24	49,5	2,4	1,0	2,16
15	3,735	1,05	5	1,26	62,49				
20	4,985	1,07	5	1,25	62,24				
25,1667	6,260	1,08	5,1667	1,28	61,44				
30	7,435	1,10	4,8333	1,18	60,52	49	2,4	0,9	2,15
35	8,630	1,12	5	1,20	59,50				
40	9,815	1,14	5	1,19	59,00				
45	10,990	1,16	5	1,18	58,51				
50	12,170	1,18	5	1,18	58,76				
55	13,340	1,20	5	1,17	58,26	49	2,4	1,0	2,15
60,1667	14,540	1,22	5,1667	1,20	57,82				
65	15,640	1,24	4,8333	1,10	56,66				
70	16,770	1,27	5	1,13	56,27				
75	17,885	1,29	5	1,12	55,52				
80	18,980	1,31	5	1,10	54,52				
86	20,285	1,34	6	1,31	54,15				
90	21,165	1,36	4	0,88	54,77				
95	22,260	1,39	5	1,10	54,52				
100	23,340	1,41	5	1,08	53,78				
105	24,400	1,44	5	1,06	52,78	49	2,4	1,0	2,15
110	25,450	1,47	5	1,05	52,28				
115	26,480	1,49	5	1,03	51,29				

120	27,500	1,52	5	1,02	50,79				
125	28,495	1,55	5	1,00	49,54				
130	29,480	1,58	5	0,98	49,05				
135	30,440	1,61	5	0,96	47,80				
140	31,390	1,65	5	0,95	47,30				
145	32,320	1,68	5	0,93	46,31				
155	34,170	1,75	10	1,85	46,06				
160	35,130	1,78	5	0,96	47,80				
165	36,045	1,82	5	0,91	45,56				
170	36,940	1,86	5	0,89	44,56				
175	37,825	1,90	5	0,89	44,07				
180	38,710	1,94	5	0,88	44,07	49	2,4	1,0	2,15
185,5	39,670	1,98	5,5	0,96	43,46				
190	40,435	2,02	4,5	0,77	42,32				
195	41,275	2,07	5	0,84	41,83				
200,5	42,180	2,12	5,5	0,91	40,97				
205	42,900	2,16	4,5	0,72	39,83				
210	43,690	2,20	5	0,79	39,34	49	2,45	0,95	2,15
215	44,460	2,25	5	0,77	38,34				
220,167	45,235	2,30	5,1667	0,77	37,34				
225	45,945	2,35	4,8333	0,71	36,57				
230	46,675	2,40	5	0,73	36,35				
235	47,380	2,45	5	0,71	35,10				
240	48,070	2,51	5	0,69	34,36				
245	48,745	2,56	5	0,67	33,61				
250	49,405	2,61	5	0,66	32,86				
255	50,065	2,67	5	0,66	32,86				
260	50,700	2,73	5	0,64	31,62				
265	51,335	2,79	5	0,63	31,62				
270	51,950	2,85	5	0,62	30,62				
275	52,550	2,91	5	0,60	29,88	48,5	2,45	0,95	2,15
280	53,135	2,98	5	0,59	29,13				
285	53,705	3,04	5	0,57	28,38				
290	54,255	3,11	5	0,55	27,39				
295	54,790	3,17	5	0,53	26,64				
300	55,305	3,24	5	0,52	25,64	48,5	2,45	0,95	2,15
305	55,805	3,31	5	0,50	24,90				
310,5	56,320	3,38	5,5	0,52	23,31				
315	56,735	3,44	4,5	0,41	22,96				
320	57,170	3,50	5	0,44	21,66				
325	57,600	3,57	5	0,43	21,41				
330	57,995	3,64	5	0,39	19,67				
335	58,400	3,70	5	0,41	20,17				
340,167	58,845	3,78	5,1667	0,45	21,44	47	2,45	0,95	2,17
345	59,260	3,86	4,8333	0,41	21,38				
350,667	59,745	3,95	5,667	0,48	21,31				
353,667	60,000	4,00	3	0,26	21,16				

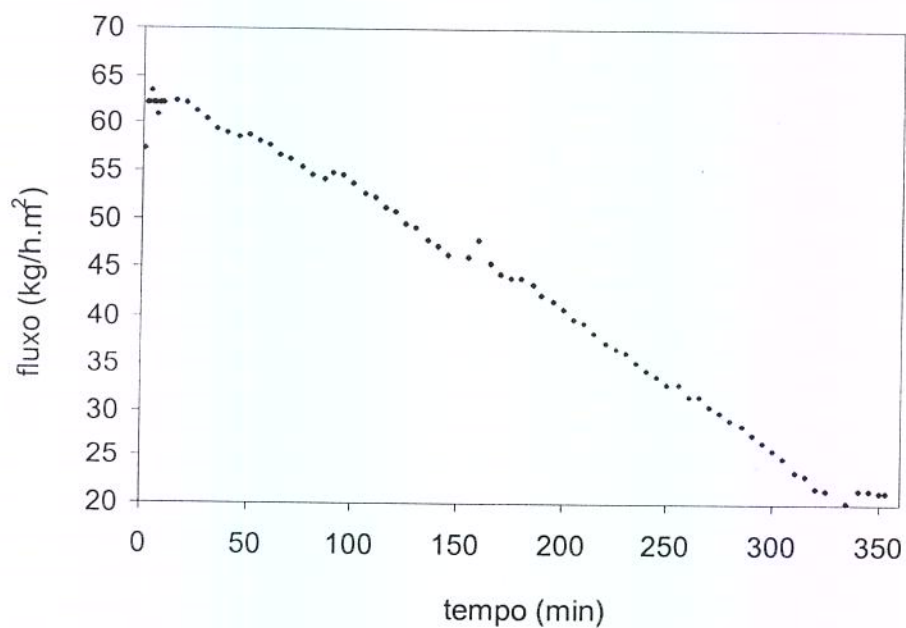


Figura A 9. Curva de permeação para o leite microfiltrado a 2,5 m/s, a pressão transmembrana de 1,2 bar

Tabela A6. Mudança da composição centesimal* do leite durante a microfiltração a 2,5 m/s, a pressão transmembrana de 1,2 bar

	<i>ST</i>	<i>Cinzas</i>	<i>Proteína</i>	<i>Caseína</i>	<i>PS</i>	<i>Gordura</i>	<i>NNP</i>	<i>Lactose</i>
A	8,90 ± 0,06	0,56 ± 0,02	2,94 ± 0,02	2,61 ± 0,01	0,33 ± 0,00	0,17 ± 0,01	0,030 ± 0,000	5,04
C2	11,92 ± 0,04	0,86 ± 0,00	6,39 ± 0,01	5,82 ± 0,01	0,57 ± 0,00	0,21 ± 0,01	0,033 ± 0,000	4,25
C4	18,28 ± 0,06	1,45 ± 0,00	12,67 ± 0,04	11,57 ± 0,01	1,10 ± 0,01	0,48 ± 0,01	0,041 ± 0,001	3,42

*Composição centesimal, onde cada valor é a média de três pontos (média ± desvio padrão)

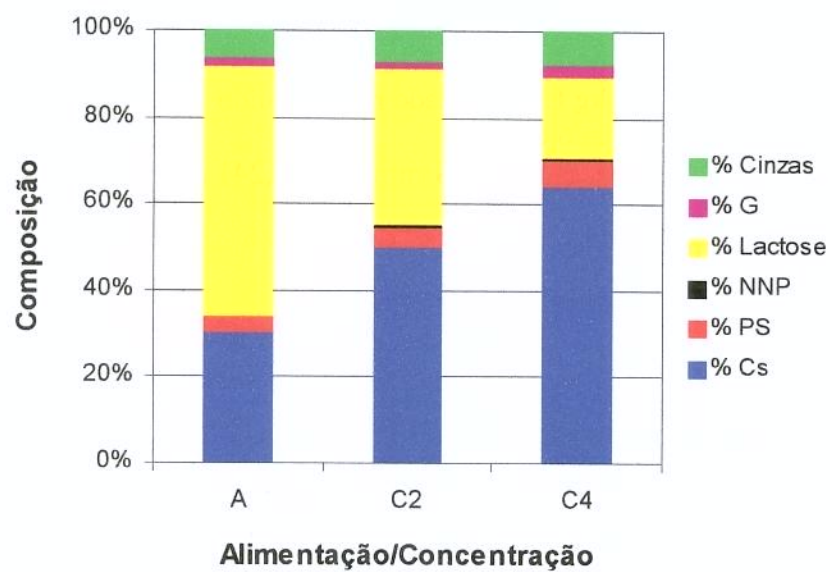


Figura A 10. Composição, em base seca, da alimentação e dos concentrados de caseína para o experimento 1

Experimento No. 2

Matéria prima: 80 kg LP desnatado reconstituído
 pH = 6,68
 Membrana: Membralox - 0,1 mm - A = 0,241 m²
 T = 50 °C
 $v = 5,5 \text{ m/s} \Rightarrow Q = 4,73 \text{ m}^3/\text{h}$
 P transm = 1,2 bar
 FC = 4; CD = 4

Tabela A7. Fluxo de permeado e condições de operação para o experimento 2

tempo (min)	peso perm. (kg)	FC	Δt (min)	Δ peso perm. (kg)	fluxo (kg/m ² .h)	T (°C)	P1 (bar)	P2 (bar)	Q (m ³ /h)
0									
1	0,830	1,01	1	0,83	206,64	50	2,0	0,4	4,75
2	1,650	1,02	1	0,82	204,15	50	2,0	0,4	4,74
3	2,460	1,03	1	0,81	201,66	50	1,95	0,45	4,75
4	3,260	1,04	1	0,80	199,17				
5	4,050	1,05	1	0,79	196,68	50	1,95	0,45	4,75
6	4,855	1,06	1	0,81	200,41				
7	5,660	1,08	1	0,81	200,41	50	1,95	0,45	4,75
8	6,440	1,09	1	0,78	194,19				
9	7,225	1,10	1	0,78	195,44				
10	8,020	1,11	1	0,80	197,93				
15	11,855	1,17	5	3,84	190,95				
20	15,745	1,25	5	3,89	193,69	50	2,0	0,45	4,74
25	19,470	1,32	5	3,73	185,48				
30	23,090	1,41	5	3,62	180,25				
35	26,570	1,50	5	3,48	173,28				
40	29,925	1,60	5	3,36	167,05	50	2,0	0,4	4,74
45	33,130	1,71	5	3,21	159,59				
50	36,180	1,83	5	3,05	151,87				
55,5	39,390	1,97	5,5	3,21	145,30				
60	41,805	2,09	4,5	2,42	133,61				
65	44,365	2,24	5	2,56	127,47				
70	46,750	2,41	5	2,39	118,76	50	2,2	0,4	4,74
75	48,965	2,58	5	2,22	110,29	50	2,1	0,3	4,74
80	51,005	2,76	5	2,04	101,58	50	2,15	0,25	4,74
85	52,890	2,95	5	1,89	93,86				
90	54,600	3,15	5	1,71	85,15				
95	56,155	3,36	5	1,56	77,43				
100	57,555	3,56	5	1,40	69,71				
105	58,835	3,78	5	1,28	63,73				
110	60,005	4,00	5	1,17	58,26				
118	62,120		8	2,11	65,82	50	2,2	0,2	4,74

120	62,575	2	0,46	56,64				
125	63,770	5	1,20	59,50				
130	64,975	5	1,20	60,00				
135	66,155	5	1,18	58,76				
140	67,470	5	1,32	65,48				
145	68,590	5	1,12	55,77				
150	69,845	5	1,26	62,49	49	2,2	0,2	4,73
155	71,110	5	1,27	62,99				
160	72,380	5	1,27	63,24				
165	73,695	5	1,32	65,48				
170	75,020	5	1,33	65,98	50	2,2	0,2	4,74
175	76,360	5	1,34	66,72				
180	77,735	5	1,38	68,46				
185	79,130	5	1,40	69,46				
190	80,545	5	1,42	70,46				
195,33	82,080	5,33	1,54	71,70				
200	83,410	4,67	1,33	70,90				
205,33	85,000	5,33	1,59	74,27	49,5	2,2	0,2	4,74
210	86,385	4,67	1,39	73,84				
215	87,925	5	1,54	76,68				
220,17	89,520	5,17	1,60	76,81				
225	91,035	4,83	1,52	78,09				
230	92,605	5	1,57	78,17				
235	94,160	5	1,55	77,43				
240	95,770	5	1,61	80,17				
245,17	97,425	5,17	1,66	79,70	49	2,2	0,2	4,74
250,17	99,050	5	1,63	80,91				
255	100,640	4,83	1,59	81,96				
262	102,930	7	2,29	81,45				
265	103,930	3	1,00	82,99				
270	105,595	5	1,66	82,90				
275	107,280	5	1,69	83,90				
281,33	109,475	CD2 6,33	2,19	86,33				
285	110,665	3,67	1,19	80,73				
290	112,345	5	1,68	83,65				
295,17	114,085	5,17	1,74	83,79	50	2,2	0,2	4,70
300	115,720	4,83	1,64	84,28				
305,33	117,515	5,33	1,80	83,84				
310	119,105	4,67	1,59	84,76				
315	120,810	5	1,71	84,90				
320	122,470	5	1,66	82,66				
325,17	124,225	5,17	1,76	84,51	50	2,2	0,2	4,72
330	125,850	4,83	1,63	83,76				
335,17	127,585	5,17	1,74	83,55				
340	129,225	4,83	1,64	84,53				
345,33	131,025	5,33	1,80	84,08				
350	132,585	4,67	1,56	83,17	50	2,2	0,2	4,71
355	134,245	5	1,66	82,66				

360	135,895	5	1,65	82,16
365	137,545	5	1,65	82,16
370	139,205	5	1,66	82,66
373,33	140,305	CD4	3,33	1,10
				82,24

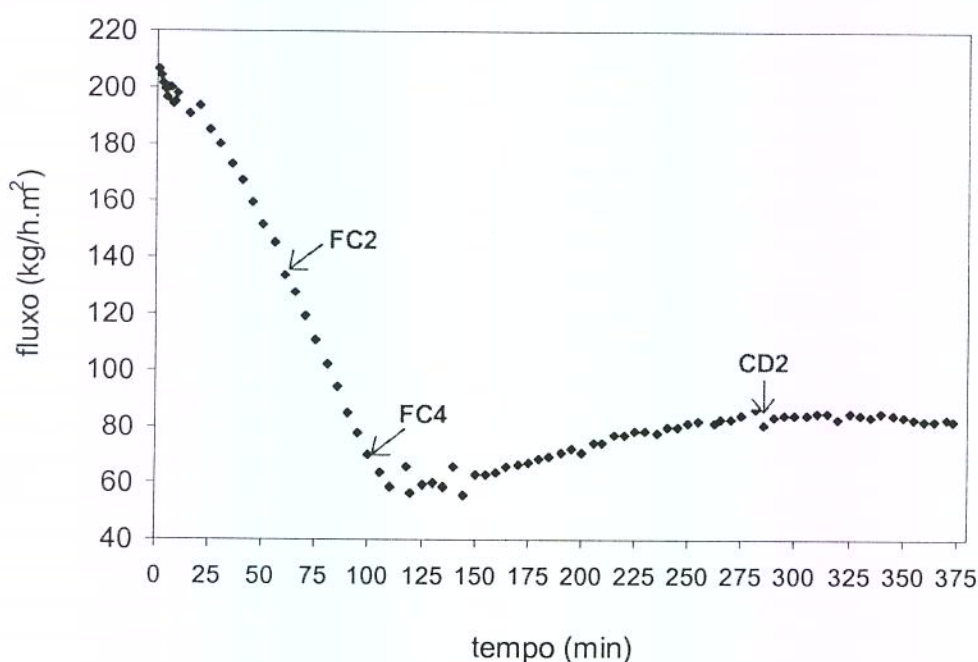


Figura A 11. Curva de permeação para o leite microfiltrado a 5,5 m/s, a pressão transmembrana de 1,2 bar

Aumento do fluxo = 37,05%

Tabela A8. Mudança da composição centesimal* do leite durante a microfiltração a 5,5 m/s, a pressão transmembrana de 1,2 bar

	<i>ST</i>	<i>Cinzas</i>	<i>Proteína</i>	<i>Caseína</i>	<i>PS</i>	<i>Gordura</i>	<i>NNP</i>	<i>Lactose</i>
A	8,40 ± 0,02	0,72 ± 0,01	2,92 ± 0,01	2,65 ± 0,28	0,27 ± 0,00	0,18 ± 0,01	0,033 ± 0,000	0,033
C2	11,55 ± 0,06	0,95 ± 0,02	5,83 ± 0,01	5,38 ± 0,02	0,44 ± 0,00	0,43 ± 0,02	0,035 ± 0,000	0,035
C4	17,49 ± 0,00	1,47 ± 0,01	11,63 ± 0,02	10,85 ± 0,58	0,78 ± 0,00	0,59 ± 0,02	0,035 ± 0,000	0,035
CD2	13,90 ± 0,03	1,11 ± 0,01	10,24 ± 0,04	9,60 ± 0,01	0,64 ± 0,00	0,54 ± 0,02	0,009 ± 0,000	0,009
CD4	13,89 ± 0,02	1,05 ± 0,02	11,42 ± 0,03	10,96 ± 0,30	0,47 ± 0,03	1,04 ± 0,02	0,008 ± 0,001	0,008
P**	5,76 ± 0,02	0,45 ± 0,27	0,14 ± 0,00	0,11 ± 0,14	0,03 ± 0,01	0,13 ± 0,02	0,032 ± 0,002	0,032

*Composição centesimal, onde cada valor é a média de três pontos (média ± desvio padrão)

**P = composição centesimal média de todo o permeado coletado até FC = 4

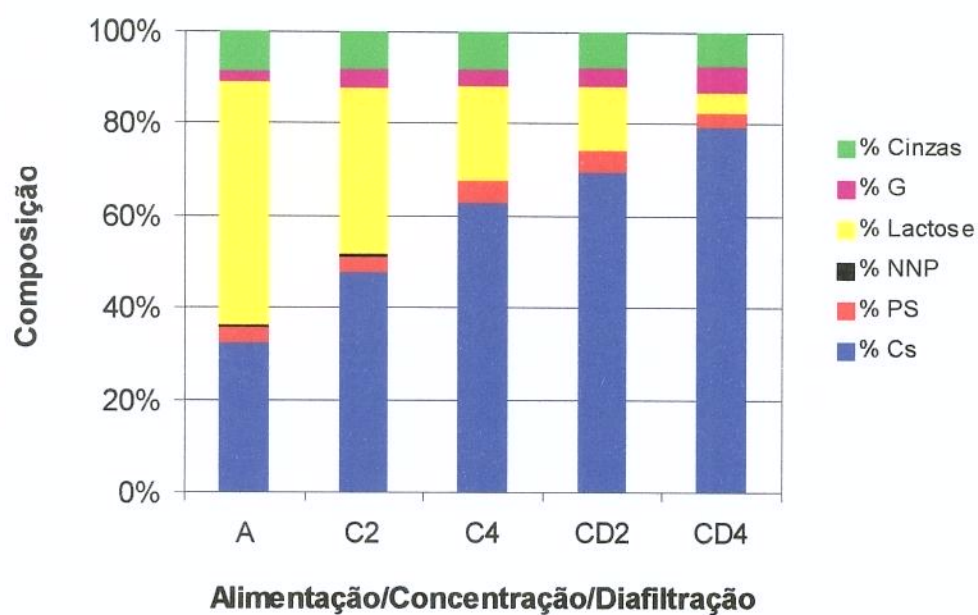


Figura A 12. Composição, em base seca, da alimentação e dos concentrados de caseína para o experimento 2

Tabela A9. Balanço de massa para o experimento 2*

	<i>ST</i>	<i>Cinzas</i>	<i>Pt</i>	<i>Cs</i>	<i>PS</i>	<i>G</i>	<i>NNP</i>	<i>Lactose</i>
<i>Alimentação:</i>								
	6720,0	574,2	2336,4	2122,8	213,6	141,0	26,6	3498,6
<i>FC</i>	<i>Concentrado + Permeado médio:</i>							
2	6924,0	561,3	2387,0	2197,0	190,0	223,2	26,7	3582,2
4	6954,0	564,4	2411,6	2235,9	175,6	195,2	26,2	3615,7

*Quantidade, em kg, de cada componente

Experimento No. 3

Matéria prima: 80 kg LP desnatado reconstituído
 pH = 6,65
Membrana: Membralox - 0,1 mm - A = 0,241 m²
 T = 50 °C
 v = 2,5 m/s => Q = 2,15 m³/h
 P transm = 2,8 bar
 FC = 4; CD = 0

Tabela A10. Fluxo de permeado e condições de operação para o experimento 3

<i>tempo</i> (min)	<i>peso perm.</i> (kg)	<i>FC</i>	<i>Δt</i> (min)	<i>Δpeso perm.</i> (kg)	<i>fluxo</i> (kg/m ² .h)	<i>T</i> (°C)	<i>P1</i> (bar)	<i>P2</i> (bar)	<i>Q</i> (m ³ /h)
0									
1	0,290	1,00	1	0,29	72,20	50,5	3,0	2,6	2,25
2	0,560	1,01	1	0,27	67,22				
3	0,825	1,01	1	0,27	65,98				
4	1,090	1,01	1	0,27	65,98				
5	1,350	1,02	1	0,26	64,73	50,5	3,05	2,5	2,15
10	2,640	1,03	5	1,29	64,23	51	3,05	2,55	2,16
15	3,915	1,05	5	1,28	63,49				
20	5,170	1,07	5	1,26	62,49				
25	6,395	1,09	5	1,23	61,00				
30	7,625	1,11	5	1,23	61,24				
35	8,825	1,12	5	1,20	59,75				
40	10,025	1,14	5	1,20	59,75				
45	11,210	1,16	5	1,19	59,00				
51	12,595	1,19	6	1,39	57,47				
55	13,510	1,20	4	0,91	56,95				
60	14,630	1,22	5	1,12	55,77	50	3,0	2,6	2,15
65	15,745	1,25	5	1,12	55,52				
70	16,840	1,27	5	1,10	54,52				
75	17,915	1,29	5	1,08	53,53				
80	18,980	1,31	5	1,07	53,03				
85,5	20,125	1,34	5,5	1,15	51,83	50	3,0	2,6	2,16
91,5	21,355	1,36	6	1,23	51,04				
95	22,065	1,38	3,5	0,71	50,50				
100	23,065	1,41	5	1,00	49,79				
105	24,050	1,43	5	0,98	49,05				
110	25,015	1,45	5	0,97	48,05				
115	25,965	1,48	5	0,95	47,30				
120	26,900	1,51	5	0,93	46,56				
125	27,830	1,53	5	0,93	46,31				
130	28,740	1,56	5	0,91	45,31	49,5	3,0	2,6	2,15
135	29,630	1,59	5	0,89	44,32				
140	30,500	1,62	5	0,87	43,32				

145	31,375	1,65	5	0,88	43,57				
150	32,220	1,67	5	0,84	42,07				
155	33,050	1,70	5	0,83	41,33				
160	33,870	1,73	5	0,82	40,83				
165	34,670	1,76	5	0,80	39,83				
170	35,455	1,80	5	0,78	39,09				
175	36,225	1,83	5	0,77	38,34				
180	36,980	1,86	5	0,75	37,59				
185	37,720	1,89	5	0,74	36,85				
190	38,450	1,93	5	0,73	36,35				
195,5	39,235	1,96	5,5	0,78	35,53				
200	39,865	1,99	4,5	0,63	34,85				
205	40,555	2,03	5	0,69	34,36	49	3,05	2,55	2,14
210	41,225	2,06	5	0,67	33,36				
215,5	41,950	2,10	5,5	0,73	32,82				
220	42,525	2,13	4,5	0,57	31,81				
225	43,160	2,17	5	0,63	31,62				
230	43,790	2,21	5	0,63	31,37				
235	44,400	2,25	5	0,61	30,37				
240	45,000	2,29	5	0,60	29,88				
245	45,580	2,32	5	0,58	28,88				
250	46,150	2,36	5	0,57	28,38				
255,167	46,735	2,40	5,167	0,59	28,19				
260	47,280	2,44	4,833	0,55	28,07				
265	47,790	2,48	5	0,51	25,39				
270	48,305	2,52	5	0,52	25,64				
275	48,805	2,56	5	0,50	24,90				
281	49,375	2,61	6	0,57	23,65				
285	49,740	2,64	4	0,37	22,72				
290,5	50,225	2,69	5,5	0,48	21,95				
295	50,610	2,72	4,5	0,38	21,30				
300	51,025	2,76	5	0,41	20,66				
305	51,440	2,80	5	0,41	20,66				
310,5	51,900	2,85	5,5	0,46	20,82				
315	52,285	2,89	4,5	0,38	21,30				
320	52,715	2,93	5	0,43	21,41				
325,167	53,160	2,98	5,167	0,44	21,44				
330	53,570	3,03	4,833	0,41	21,12	49	3,05	2,55	2,16
335	53,990	3,08	5	0,42	20,91				
340	54,400	3,13	5	0,41	20,41				
345	54,805	3,18	5	0,41	20,17				
350	55,200	3,23	5	0,40	19,67				
355,167	55,605	3,28	5,167	0,40	19,51				
360	55,975	3,33	4,833	0,37	19,06				
365	56,355	3,38	5	0,38	18,92				
370	56,725	3,44	5	0,37	18,42				
375,5	57,125	3,50	5,5	0,40	18,11				
380	57,445	3,55	4,5	0,32	17,70				

386	57,870	3,62	6	0,42	17,63	49	3,1	2,5	2,15
390	58,155	3,66	4	0,29	17,74	49	3,1	2,5	2,10
395,167	58,510	3,72	5,167	0,35	17,11				
400	58,840	3,78	4,833	0,33	17,00	49	3,1	2,5	2,0
405,5	59,200	3,85	5,5	0,36	16,30	50	3,2	2,4	2,0
410,5	59,525	3,91	5	0,32	16,18	50	3,1	2,5	1,95
415	59,805	3,96	4,5	0,28	15,49				
418,167	60,000	4,00	3,167	0,20	15,33				

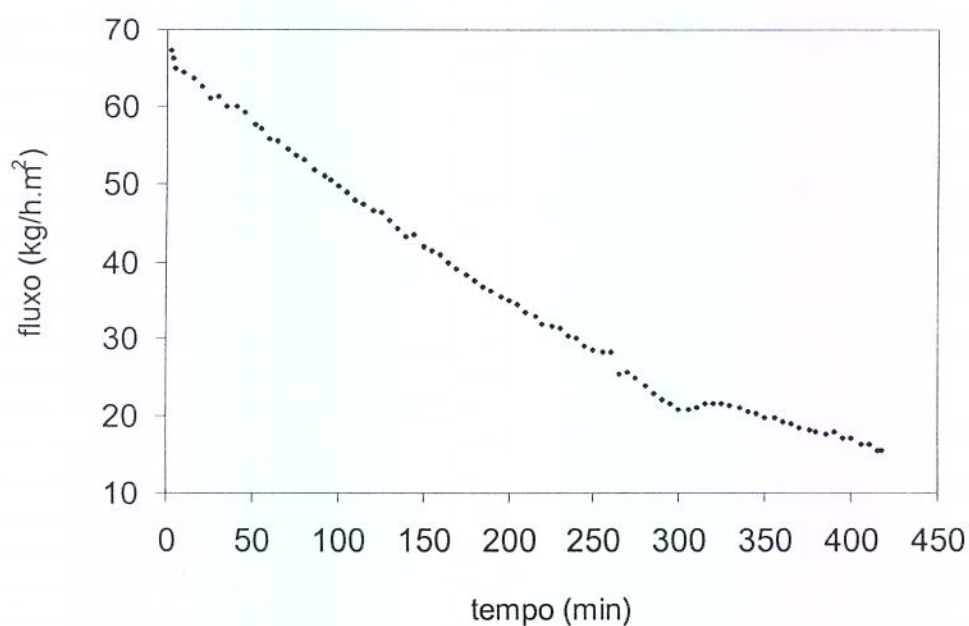


Figura A 13. Curva de permeação para o leite microfiltrado a 2,5 m/s, a pressão transmembrana de 2,8 bar

Tabela A11. Mudança da composição centesimal* do leite durante a microfiltração a 2,5 m/s, a pressão transmembrana de 2,8 bar

	<i>ST</i>	<i>Cinzas</i>	<i>Proteína</i>	<i>Caseína</i>	<i>PS</i>	<i>Gordura</i>	<i>NNP</i>	<i>Lactose</i>
A	8,54 ± 0,02	0,73 ± 0,02	2,84 ± 0,02	2,53 ± 0,00	0,31 ± 0,01	0,18 ± 0,00	0,030 ± 0,034	4,60
C2	11,82 ± 0,13	0,85 ± 0,03	6,47 ± 0,02	5,85 ± 0,02	0,57 ± 0,00	0,23 ± 0,01	0,036 ± 0,039	4,04
C4	18,36 ± 0,04	1,47 ± 0,10	12,79 ± 0,04	11,64 ± 0,03	1,11 ± 0,00	0,51 ± 0,09	0,036 ± 0,054	3,36

* Composição centesimal, onde cada valor é a média de três pontos (média ± desvio padrão)

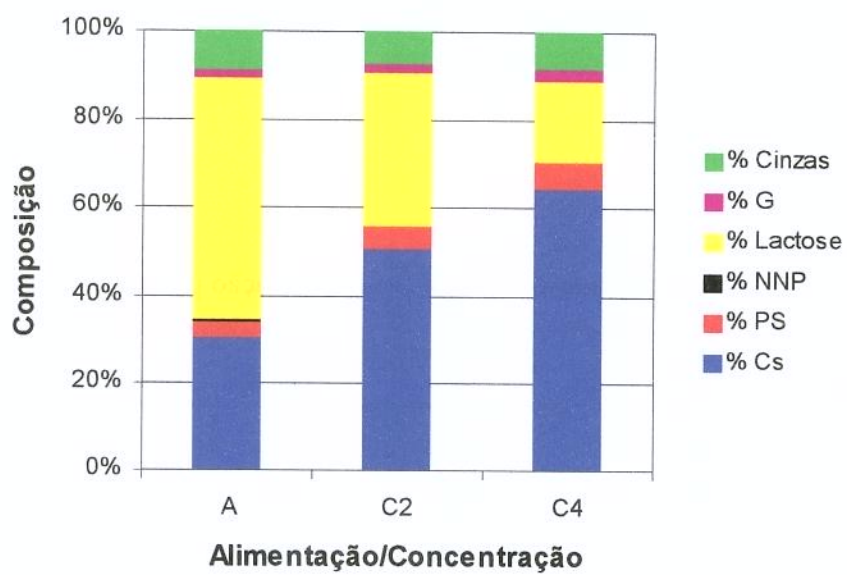


Figura A 14. Composição, em base seca, da alimentação e dos concentrados de caseína para o experimento 3

Experimento No. 4

Matéria prima: 80 kg LP desnatado reconstituído
 pH = 6,70
 Membrana: Membralox - 0,1 mm - A = 0,241 m²
 T = 50 °C
 $v = 5,5 \text{ m/s} \Rightarrow Q = 4,73 \text{ m}^3/\text{h}$
 P transm = 2,8 bar
 FC = 4; CD = 4

Tabela A12. Fluxo de permeado e condições de operação para o experimento 4

tempo (min)	peso perm. (kg)	FC	Δt (min)	Δ peso perm. (kg)	fluxo (kg/m ² .h)	T (°C)	P1 (bar)	P2 (bar)	Q (m ³ /h)
0									
1	0,595	1,01	1	0,60	148,13	50	3,6	2,0	4,8
2	1,310	1,02	1	0,72	178,01				
3,167	2,050	1,03	1,167	0,74	157,87	51	3,6	2,2	4,73
4,167	2,820	1,04	1	0,77	191,70				
5	3,390	1,04	0,833	0,57	170,36				
6	4,065	1,05	1	0,68	168,05	51	3,6	2,1	4,74
7,167	4,860	1,06	1,167	0,80	169,60				
8,167	5,530	1,07	1	0,67	166,80	51	3,6	2,1	4,74
9	6,095	1,08	0,833	0,57	168,86				
10	6,770	1,09	1	0,68	168,05	51	3,5	2,1	4,75
15	10,080	1,14	5	3,31	164,81	51	3,6	2,0	4,76
20	13,275	1,20	5	3,20	159,09				
25	16,400	1,26	5	3,13	155,60	51	3,6	2,0	4,74
30	19,430	1,32	5	3,03	150,87				
35	22,375	1,39	5	2,95	146,64	51	3,6	2,0	4,74
40	25,220	1,46	5	2,85	141,66				
45	28,000	1,54	5	2,78	138,42	51	3,6	2,0	4,73
50	30,650	1,62	5	2,65	131,95				
55	33,200	1,71	5	2,55	126,97	51	3,6	2,0	4,74
60	35,675	1,80	5	2,47	123,24				
65	38,030	1,91	5	2,36	117,26				
70	40,300	2,02	5	2,27	113,03				
75	42,420	2,13	5	2,12	105,56				
80	44,450	2,25	5	2,03	101,08				
85	46,380	2,38	5	1,93	96,10	51	3,7	2,0	4,73
90	48,195	2,52	5	1,82	90,37				
95	49,905	2,66	5	1,71	85,15	51	3,8	2,0	4,72
100	51,580	2,81	5	1,68	83,40				
105	52,990	2,96	5	1,41	70,21	51	3,6	1,9	4,71
110	54,390	3,12	5	1,40	69,71	51	3,6	2,0	4,7
115	55,680	3,29	5	1,29	64,23	51	3,7	1,9	4,72
120	56,885	3,46	5	1,21	60,00				

125	58,005	3,64	5	1,12	55,77				
130	59,030	3,81	5	1,03	51,04	51	3,8	1,8	4,73
135	59,985	4,00	5	0,95	47,55				
141	61,105		6	1,12	46,47				
145	61,895		4	0,79	49,17				
150	62,865		5	0,97	48,30				
155	63,840		5	0,98	48,55	51,5	3,8	1,9	4,71
160	64,835		5	0,99	49,54				
165,167	65,880		5,167	1,05	50,35				
170	66,855		4,833	0,98	50,23				
175	67,875		5	1,02	50,79				
180,5	68,995		5,5	1,12	50,70				
185	69,915		4,5	0,92	50,90	52	3,8	1,9	4,73
190	70,945		5	1,03	51,29				
195	71,980		5	1,04	51,54				
200,7	73,180		5,7	1,20	52,41				
205	74,080		4,3	0,90	52,11				
210	75,145		5	1,07	53,03	52	3,7	1,9	4,72
215	76,225		5	1,08	53,78				
220	77,320		5	1,10	54,52	51	3,7	1,9	4,72
225	78,430		5	1,11	55,27				
232	79,995		7	1,57	55,66				
235	80,695		3	0,70	58,09				
240	81,835		5	1,14	56,76	51	3,7	1,9	4,71
245	83,000		5	1,17	58,01				
250	84,200		5	1,20	59,75				
255	85,405		5	1,21	60,00				
260	86,615		5	1,21	60,25				
265	87,875		5	1,26	62,74	51	3,7	1,9	4,72
271	89,415		6	1,54	63,90	51	3,7	1,9	4,72
275	90,445		4	1,03	64,11				
280	91,755		5	1,31	65,23				
285	93,045		5	1,29	64,23				
290	94,425		5	1,38	68,71				
295	95,765		5	1,34	66,72				
300	97,105		5	1,34	66,72	51	3,7	1,9	4,72
305	98,450		5	1,35	66,97				
310	99,830		5	1,38	68,71				
315,5	101,305	CD2	5,5	1,48	66,77				
320	102,525		4,5	1,22	67,50	51	3,7	1,9	4,7
326	104,180		6	1,66	68,67				
330	105,300		4	1,12	69,71	51	3,7	1,9	4,71
335,33	106,795		5,33	1,50	69,83				
340	108,090		4,67	1,30	69,04	51	3,7	1,9	4,73
345	109,465		5	1,38	68,46				
350	110,865		5	1,40	69,71				
355	112,225		5	1,36	67,72				
360,167	113,695		5,167	1,47	70,83				

365	115,015	4,833	1,32	68,00				
370	116,405	5	1,39	69,21				
375	117,775	5	1,37	68,22	51	3,7	1,9	4,75
380	119,150	5	1,38	68,46				
385	120,535	5	1,38	68,96				
390	121,910	5	1,38	68,46				
395,167	123,295	5,167	1,39	66,73	51	3,7	1,9	4,72
401	124,905	5,833	1,61	68,72				
405	125,990	4	1,08	67,53				
410	127,335	5	1,35	66,97				
415	128,690	5	1,36	67,47				
420,5	130,175	5,5	1,49	67,22				
425	131,390	4,5	1,21	67,22	51	3,7	1,9	4,72
430	132,725	5	1,34	66,47				
435	134,060	5	1,34	66,47				
440	135,390	5	1,33	66,22				
445	136,730	5	1,34	66,72	50	3,7	1,9	4,71
450	138,085	5	1,36	67,47				
455	139,425	5	1,34	66,72				
457,167	139,995	CD4	2,1667	0,57	65,50			

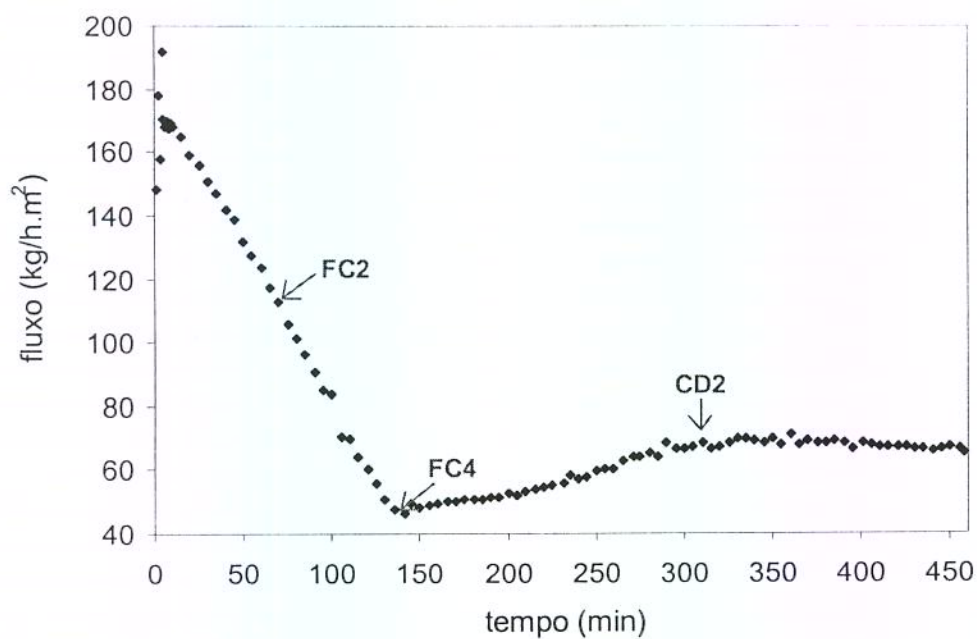


Figura A 15. Curva de permeação para o leite microfiltrado a 5,5 m/s,
a pressão transmembrana de 2,8 bar

Aumento do fluxo = 40,32%

Tabela A13. Mudança da composição centesimal* do leite durante a microfiltração a 5,5 m/s, a pressão transmembrana de 2,8 bar

	<i>ST</i>	<i>Cinzas</i>	<i>Proteína</i>	<i>Caseína</i>	<i>PS</i>	<i>Gordura</i>	<i>NNP</i>	<i>Lactose</i>
A	8,16 ± 0,00	0,59 ± 0,00	2,75 ± 0,00	2,48 ± 0,00	0,27 ± 0,04	0,14 ± 0,01	0,027 ± 0,006	4,51
C2	11,65 ± 0,08	0,93 ± 0,01	6,29 ± 0,00	5,85 ± 0,01	0,44 ± 0,02	0,27 ± 0,01	0,031 ± 0,003	3,96
C4	17,81 ± 0,06	1,40 ± 0,04	12,51 ± 0,02	11,90 ± 0,01	0,62 ± 0,00	0,52 ± 0,01	0,034 ± 0,001	3,15
CD2	12,80 ± 0,01	0,97 ± 0,04	11,02 ± 0,00	10,57 ± 0,00	0,45 ± 0,00	0,41 ± 0,02	0,008 ± 0,001	0,35
CD4	13,97 ± 0,00	1,01 ± 0,01	12,45 ± 0,00	12,14 ± 0,00	0,31 ± 0,00	0,45 ± 0,00	0,007 ± 0,000	0,00
P**	5,47 ± 0,02	0,30 ± 0,00	0,05 ± 0,00	0,001 ± 0,00	0,05 ± 0,01	0,01 ± 0,00	0,032 ± 0,002	4,90

*Composição centesimal, onde cada valor é a média de três pontos (média ± desvio padrão)

**P = composição centesimal média de todo o permeado coletado até FC = 4

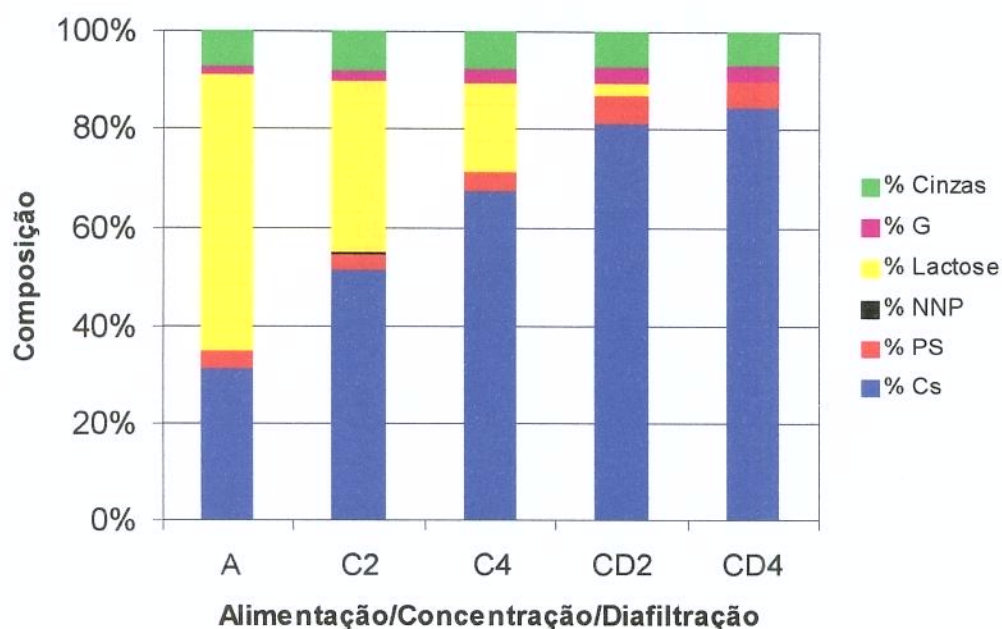


Figura A 16. Composição, em base seca, da alimentação e dos concentrados de caseína para o experimento 4

Tabela A14. Balanço de massa para o experimento 4*

	<i>ST</i>	<i>Cinzas</i>	<i>Pt</i>	<i>Cs</i>	<i>PS</i>	<i>G</i>	<i>NNP</i>	<i>Lactose</i>
Alimentação:								
	6524,8	471,1	2201,5	1982,7	218,8	111,0	21,2	3605,7
Concentrado + Permeado médio:								
FC								
2	6848,2	493,5	2537,9	2342,3	196,9	112,2	25,2	3543,8
4	6841,7	462,2	2532,8	2380,3	154,4	111,6	26,1	3568,4

*Quantidade, em kg, de cada componente

Experimento No. 5

Matéria prima: 80 kg LP desnatado reconstituído
 (1 kg LP/10 kg água)
 pH = 6,63
Membrana: Membralox - 0,1 mm - A = 0,241 m²
 T = 50 °C
 v = 1,9 m/s => Q = 1,63 m³/h
 P transm = 2 bar
 FC = 4; CD = 0

Tabela A15. Fluxo de permeado e condições de operação para o experimento 5

tempo (min)	peso perm. (kg)	FC	Δt (min)	Δ peso perm. (kg)	fluxo (kg/m ² .h)	T (°C)	P1 (bar)	P2 (bar)	Q (m ³ /h)
0									
1	0,200	1,00	1	0,20	49,79	50	2,2	1,8	1,66
2	0,395	1,00	1	0,20	48,55				
3	0,580	1,01	1	0,19	46,06				
4	0,760	1,01	1	0,18	44,81				
5	0,935	1,01	1	0,18	43,57	50	2,2	1,8	1,64
6	1,100	1,01	1	0,17	41,08				
7	1,290	1,02	1	0,19	47,30				
8	1,470	1,02	1	0,18	44,81				
9	1,650	1,02	1	0,18	44,81	50	2,2	1,8	1,63
10	1,825	1,02	1	0,18	43,57				
15,1667	2,745	1,04	5,1667	0,92	44,33				
20	3,590	1,05	4,8333	0,85	43,53				
25	4,460	1,06	5	0,87	43,32				
30	5,325	1,07	5	0,87	43,07				
35	6,180	1,08	5	0,86	42,57				
40	7,020	1,10	5	0,84	41,83				
45,1667	7,880	1,11	5,1667	0,86	41,44				
52	9,010	1,13	6,8333	1,13	41,17				
55	9,500	1,13	3	0,49	40,66				
60	10,310	1,15	5	0,81	40,33	50	2,2	1,8	1,63
65	11,130	1,16	5	0,82	40,83				
70	11,940	1,18	5	0,81	40,33				
75	12,745	1,19	5	0,81	40,08				
80	13,540	1,20	5	0,80	39,59				
85	14,330	1,22	5	0,79	39,34				
90	15,110	1,23	5	0,78	38,84				
95	15,885	1,25	5	0,78	38,59				
100	16,650	1,26	5	0,76	38,09				
105	17,410	1,28	5	0,76	37,84				
111	18,305	1,30	6	0,90	37,14				
115	18,905	1,31	4	0,60	37,34				

120	19,630	1,33	5	0,72	36,10	50	2,2	1,8	1,63
125	20,365	1,34	5	0,73	36,60				
130	21,075	1,36	5	0,71	35,35				
135	21,785	1,37	5	0,71	35,35				
140	22,490	1,39	5	0,70	35,10	49,5			
145	23,180	1,41	5	0,69	34,36				
150	23,865	1,43	5	0,68	34,11				
155,167	24,570	1,44	5,1667	0,71	33,97				
160	25,215	1,46	4,8333	0,65	33,22				
165	25,880	1,48	5	0,66	33,11				
170,167	26,565	1,50	5,1667	0,69	33,01	49	2,2	1,8	1,63
175,5	27,280	1,52	5,3333	0,72	33,38				
180	27,890	1,54	4,5	0,61	33,75	49			
185	28,585	1,56	5	0,70	34,61				
190	29,310	1,58	5	0,72	36,10	50	2,2	1,8	1,63
195	30,030	1,60	5	0,72	35,85				
200,167	30,765	1,62	5,1667	0,73	35,42				
205	31,440	1,65	4,8333	0,68	34,77	50	2,2	1,8	1,63
210	32,135	1,67	5	0,69	34,61				
215	32,820	1,70	5	0,69	34,11				
220	33,500	1,72	5	0,68	33,86				
225	34,170	1,75	5	0,67	33,36				
230	34,830	1,77	5	0,66	32,86				
235	35,480	1,80	5	0,65	32,37				
240	36,125	1,82	5	0,65	32,12				
245	36,755	1,85	5	0,63	31,37				
250	37,385	1,88	5	0,63	31,37				
255	38,000	1,90	5	0,62	30,62				
260	38,600	1,93	5	0,60	29,88				
265	39,210	1,96	5	0,61	30,37				
270	39,805	1,99	5	0,59	29,63				
275	40,385	2,02	5	0,58	28,88				
280,167	40,980	2,05	5,1667	0,59	28,67	49			
285	41,535	2,08	4,8333	0,56	28,59				
291	42,200	2,12	6	0,67	27,59				
295	42,645	2,14	4	0,45	27,70				
300	43,195	2,17	5	0,55	27,39	49,5	2,2	1,8	1,62
305	43,750	2,21	5	0,56	27,63				
310	44,310	2,24	5	0,56	27,88				
315	44,890	2,28	5	0,58	28,88	50	2,25	1,75	1,63
320	45,455	2,32	5	0,56	28,13				
325	46,020	2,35	5	0,57	28,13				
330	46,590	2,39	5	0,57	28,38				
335	47,150	2,44	5	0,56	27,88				
342	47,910	2,49	7	0,76	27,03				
345	48,235	2,52	3	0,33	26,97				
350	48,760	2,56	5	0,52	26,14				
355	49,280	2,60	5	0,52	25,89				

360	49,765	2,65	5	0,48	24,15	51	2,2	1,8	1,63
365	50,280	2,69	5	0,52	25,64				
370	50,770	2,74	5	0,49	24,40				
375	51,245	2,78	5	0,47	23,65				
380	51,710	2,83	5	0,47	23,15				
385	52,165	2,87	5	0,45	22,66				
390	52,600	2,92	5	0,44	21,66	50	2,2	1,8	1,63
395,167	53,055	2,97	5,1667	0,45	21,92				
400	53,460	3,01	4,8333	0,41	20,86				
405	53,870	3,06	5	0,41	20,41				
410	54,270	3,11	5	0,40	19,92				
415	54,655	3,16	5	0,38	19,17				
420	55,030	3,20	5	0,38	18,67				
425	55,400	3,25	5	0,37	18,42				
430,167	55,770	3,30	5,1667	0,37	17,83				
435	56,115	3,35	4,8333	0,34	17,77				
440,167	56,480	3,40	5,1667	0,36	17,59				
445	56,825	3,45	4,8333	0,35	17,77				
450	57,185	3,51	5	0,36	17,93				
455	57,545	3,56	5	0,36	17,93				
460	57,905	3,62	5	0,36	17,93				
465	58,270	3,68	5	0,37	18,17				
470	58,640	3,75	5	0,37	18,42				
475	59,010	3,81	5	0,37	18,42				
480	59,375	3,88	5	0,37	18,17	49	2,25	1,75	1,63
485,5	59,770	3,95	5,5	0,40	17,88				
488,667	60,000	4,00	3,167	0,23	18,08				

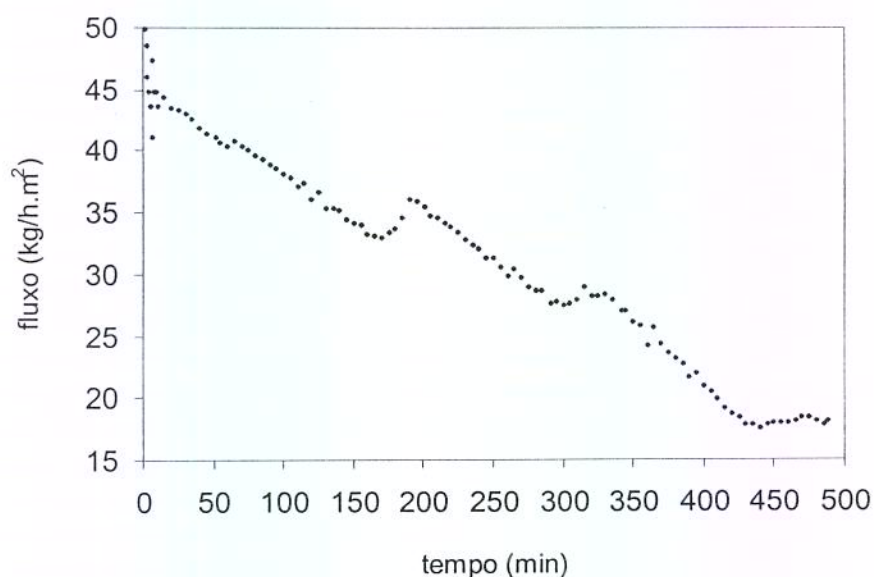


Figura A 17. Curva de permeação para o leite microfiltrado a 1,9 m/s, a pressão transmembrana de 2,0 bar

Tabela A16. Mudança da composição centesimal* do leite durante a microfiltração a 1,9 m/s, a pressão transmembrana de 2,0 bar

	<i>ST</i>	<i>Cinzas</i>	<i>Proteína</i>	<i>Caseína</i>	<i>PS</i>	<i>Gordura</i>	<i>NNP</i>	<i>Lactose</i>
A	$9,07 \pm 0,01$	$0,62 \pm 0,00$	$3,11 \pm 0,02$	$2,79 \pm 0,00$	$0,32 \pm 0,00$	$0,20 \pm 0,00$	$0,032 \pm 0,000$	4,93
C2	$11,94 \pm 0,05$	$0,90 \pm 0,00$	$6,71 \pm 0,04$	$6,10 \pm 0,01$	$0,61 \pm 0,01$	$0,22 \pm 0,01$	$0,038 \pm 0,000$	3,87
C4	$18,57 \pm 0,04$	$1,50 \pm 0,00$	$12,95 \pm 0,14$	$11,82 \pm 0,00$	$1,12 \pm 0,03$	$0,55 \pm 0,03$	$0,048 \pm 0,001$	3,27

* Composição centesimal, onde cada valor é a média de três pontos (média $\pm$ desvio padrão)

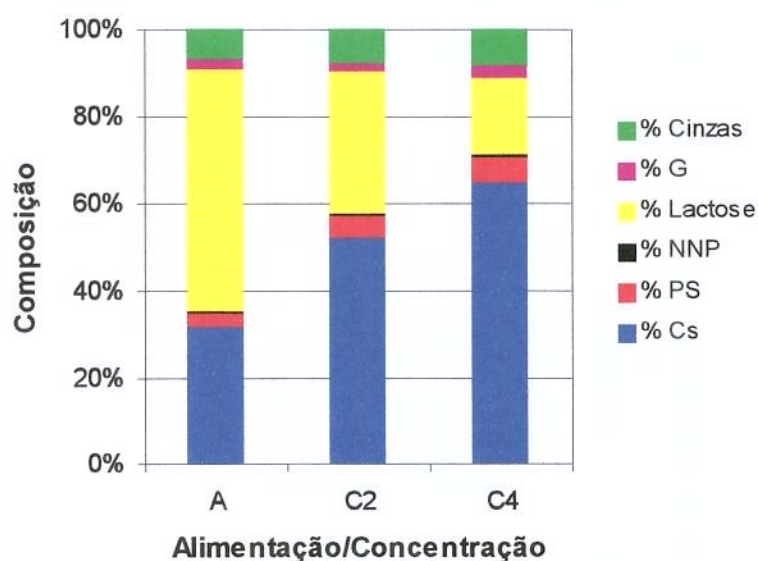


Figura A 18. Composição, em base seca, da alimentação e dos concentrados de caseína para o experimento 5

Experimento No. 6

Matéria prima: 80 kg LP desnatado reconstituído
 pH = 6,67
 Membrana: Membralox - 0,1 mm - A = 0,241 m²
 T = 50 °C
 v = 6,1 m/s => Q = 5,245 m³/h
 P transm = 2 bar
 FC = 4; CD = 4

Tabela A17. Fluxo de permeado e condições de operação para o experimento 6

tempo (min)	peso perm. (kg)	FC	Δt (min)	Δ peso perm. (kg)	fluxo (kg/m ² .h)	T (°C)	P1 (bar)	P2 (bar)	Q (m ³ /h)
0									
1	0,960	1,01	1	0,96	239,00		3,0	1,0	5,15
2	1,755	1,02	1	0,80	197,93				
3	2,660	1,03	1	0,91	225,31	48,5	3,0	1,0	5,26
4	3,560	1,05	1	0,90	224,07				
5	4,440	1,06	1	0,88	219,09				
6	5,355	1,07	1	0,92	227,80				
7	6,220	1,08	1	0,86	215,35	49	3,0	1,0	5,25
8	7,095	1,10	1	0,88	217,84				
9,5	8,395	1,12	1,5	1,30	215,77				
10	8,830	1,12	0,5	0,44	216,60				
15	13,070	1,20	5	4,24	211,12	49,5	3,0	1,0	5,25
20	17,225	1,27	5	4,16	206,89				
25	21,245	1,36	5	4,02	200,17	50	3,0	1,0	5,25
30,333	25,395	1,47	5,333	4,15	193,74				
35	28,900	1,57	4,667	3,51	186,98				
40	32,520	1,68	5	3,62	180,25				
45	35,975	1,82	5	3,46	172,03				
50	39,265	1,96	5	3,29	163,82				
55	42,380	2,13	5	3,12	155,10	50	3,1	0,9	5,24
60	45,305	2,31	5	2,93	145,64				
65	48,030	2,50	5	2,73	135,68				
70	50,545	2,72	5	2,52	125,23				
75	52,800	2,94	5	2,26	112,28				
80	54,850	3,18	5	2,05	102,07				
85	56,640	3,42	5	1,79	89,13				
90	58,225	3,67	5	1,59	78,92				
95,1667	59,635	3,93	5,167	1,41	67,94				
100	60,865	4,18	4,833	1,23	63,36				
105	62,135		5	1,27	63,24	50	3,3	0,7	5,24
110	63,430		5	1,30	64,48				
115	64,725		5	1,29	64,48				

120	65,995	5	1,27	63,24				
125,167	67,350	5,167	1,35	65,29				
130	68,615	4,833	1,27	65,16				
135	69,905	5	1,29	64,23				
140	71,190	5	1,29	63,98				
145	72,500	5	1,31	65,23				
150	73,800	5	1,30	64,73				
155,167	75,140	5,167	1,34	64,57				
160	76,415	4,833	1,28	65,68				
165	77,735	5	1,32	65,73				
170	79,050	5	1,32	65,48				
175	80,425	5	1,38	68,46				
180	81,755	5	1,33	66,22				
185	83,080	5	1,33	65,98				
190	84,440	5	1,36	67,72	50	3,3	0,7	5,25
195,667	85,995	5,667	1,56	68,31				
200	87,195	4,333	1,20	68,95				
205	88,635	5	1,44	71,70				
210	90,000	5	1,36	67,97				
215	91,535	5	1,54	76,43				
220	93,000	5	1,47	72,95				
225,5	94,650	5,5	1,65	74,69				
230,083	96,015	4,583	1,36	74,15				
235	97,520	4,917	1,51	76,21				
240	99,025	5	1,51	74,94				
246	100,905	CD2 6	1,88	78,01				
250,333	102,250	4,333	1,35	77,28				
255	103,780	4,667	1,53	81,62				
260	105,270	5	1,49	74,19				
265	106,720	5	1,45	72,20				
270	108,220	5	1,50	74,69				
275,167	109,770	5,167	1,55	74,69				
281	111,550	5,833	1,78	75,97				
285	112,775	4	1,23	76,24				
290	114,335	5	1,56	77,68				
295,167	115,910	5,167	1,58	75,89				
300	117,460	4,833	1,55	79,84	50	3,3	0,7	5,25
305	119,100	5	1,64	81,66				
310	120,700	5	1,60	79,67				
318	123,330	8	2,63	81,85				
320	123,975	2	0,64	80,29				
325	125,740	5	1,77	87,88				
330	127,475	5	1,74	86,39				
335	129,275	5	1,80	89,63				
340	131,085	5	1,81	90,12				
345,5	133,060	5,5	1,97	89,40				
350	134,685	4,5	1,63	89,90				
355,167	136,595	5,167	1,91	92,04				

360,333	138,520		5,166	1,93	92,77
364,333	140,000	CD4	4	1,48	92,12

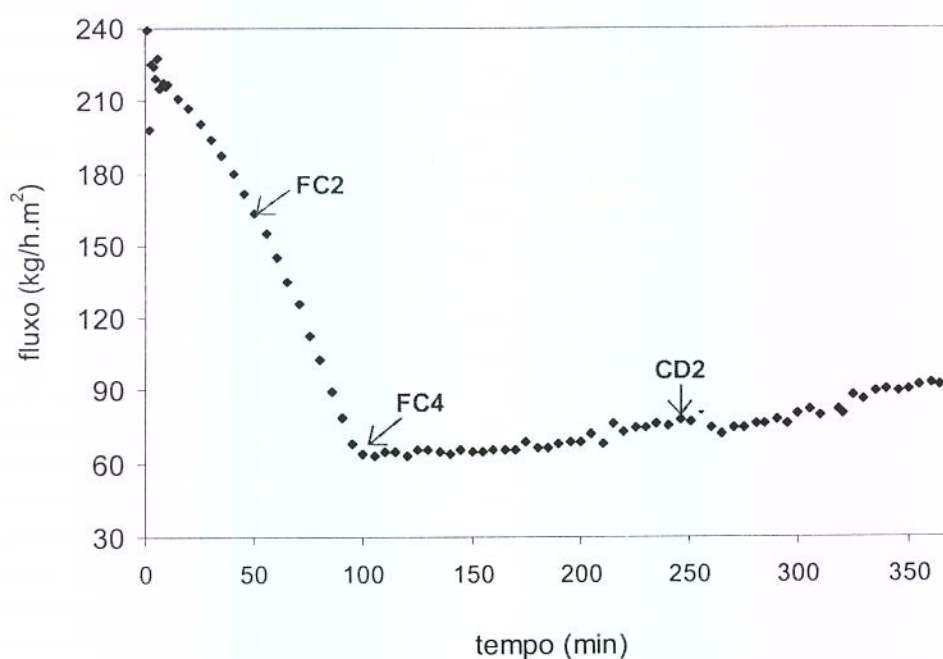


Figura A 19. Curvas de permeação para o leite microfiltrado a 6,1 m/s, a pressão transmembrana de 2,0 bar

Aumento do fluxo = 45,39%

Tabela A18. Mudança da composição centesimal* do leite durante a microfiltração a 6,1 m/s, a pressão transmembrana de 2,0 bar

	<i>ST</i>	<i>Cinzas</i>	<i>Proteína</i>	<i>Caseína</i>	<i>PS</i>	<i>Gordura</i>	<i>NNP</i>	<i>Lactose</i>
A	8,97 ± 0,02	0,70 ± 0,05	2,86 ± 0,03	2,55 ± 0,03	0,31 ± 0,03	0,19 ± 0,00	0,023 ± 0,005	5,07
C2	11,97 ± 0,05	0,92 ± 0,01	5,87 ± 0,02	5,43 ± 0,01	0,44 ± 0,02	0,22 ± 0,04	0,035 ± 0,003	4,75
C4	17,94 ± 0,28	1,53 ± 0,02	12,15 ± 0,06	11,30 ± 0,01	0,85 ± 0,00	0,60 ± 0,03	0,035 ± 0,000	3,44
CD2	14,27 ± 0,02	1,26 ± 0,04	11,64 ± 0,09	11,00 ± 0,01	0,64 ± 0,01	0,54 ± 0,02	0,008 ± 0,001	0,78
CD4	14,48 ± 0,02	1,26 ± 0,05	12,03 ± 0,00	11,66 ± 0,12	0,37 ± 0,01	0,78 ± 0,04	0,007 ± 0,001	0,36
P**	5,74 ± 0,02	0,37 ± 0,03	0,12 ± 0,00	0,01 ± 0,01	0,11 ± 0,00	0,04 ± 0,01	0,028 ± 0,000	5,04

*Composição centesimal, onde cada valor é a média de três pontos (média ± desvio padrão)

**P = composição média de todo o permeado coletado até FC = 4

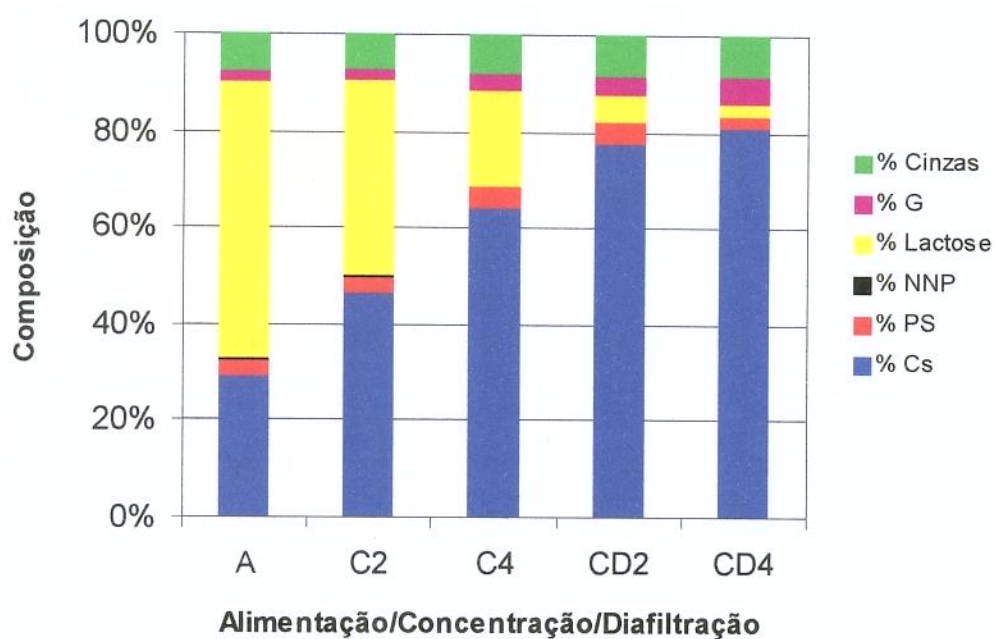


Figura A 20. Composição, em base seca, da alimentação e dos concentrados de caseína para o experimento 7

Tabela A19. Balanço de massa para o experimento 7*

	<i>ST</i>	<i>Cinzas</i>	<i>Pt</i>	<i>Cs</i>	<i>PS</i>	<i>G</i>	<i>NNP</i>	<i>Lactose</i>
Alimentação:								
	7175,4	560,7	2291,4	2040,1	251,3	150,4	18,2	4056,8
FC	Concentrado + Permeado médio:							
2	7086,7	516,1	2393,0	2172,8	220,2	101,0	25,3	3915,2
4	7035,6	530,2	2500,5	2261,6	238,9	140,7	23,9	3711,4

*Quantidade, em kg, de cada componente

Experimento No. 7

Matéria prima: 80 kg LP desnatado reconstituído
 pH = 6,64
 Membrana: Membralox - 0,1 mm - A = 0,241 m²
 T = 50 °C
 v = 4 m/s => Q = 3,44 m³/h
 P transm = 0,9 bar
 FC = 4; CD = 4

Tabela A20. Fluxo de permeado e condições de operação para o experimento 7

tempo (min)	peso perm. (kg)	FC	Δt (min)	Δ peso perm. (kg)	fluxo (kg/m ² .h)	T (°C)	P1 (bar)	P2 (bar)	Q (m ³ /h)
0									
1	0,395	1,00	1	0,40	98,34	48,5	1,4	0,5	3,45
2	0,810	1,01	1	0,42	103,32				
3	1,220	1,02	1	0,41	102,07	49	1,4	0,5	3,45
4	1,620	1,02	1	0,40	99,59				
5	2,020	1,03	1	0,40	99,59				
6	2,420	1,03	1	0,40	99,59	49	1,4	0,5	3,44
7	2,815	1,04	1	0,40	98,34				
8	3,210	1,04	1	0,40	98,34				
9,5	3,805	1,05	1,5	0,60	98,76				
10	4,005	1,05	0,5	0,20	99,59	49,5	1,4	0,5	3,44
15,0833	6,005	1,08	5,0833	2,00	97,95				
20,0833	7,980	1,11	5	1,98	98,34				
25	9,900	1,14	4,9167	1,92	97,22				
30	11,850	1,17	5	1,95	97,10				
35,1667	13,805	1,21	5,1667	1,96	94,20				
40	15,500	1,24	4,8333	1,70	87,31				
45	17,215	1,27	5	1,72	85,39				
50	18,880	1,31	5	1,67	82,90				
55,333	20,685	1,35	5,333	1,81	84,26				
60	22,250	1,39	4,667	1,57	83,49				
65	23,900	1,43	5	1,65	82,16				
70,0833	25,510	1,47	5,0833	1,61	78,85	50	1,4	0,5	3,44
75,0833	27,105	1,51	5	1,60	79,42				
80	28,645	1,56	4,9167	1,54	77,98				
85	30,120	1,60	5	1,48	73,44				
90	31,590	1,65	5	1,47	73,20				
95	33,030	1,70	5	1,44	71,70	49,5	1,4	0,5	3,44
100,5	34,560	1,76	5,5	1,53	69,26				
105	35,785	1,81	4,5	1,22	67,77				
110	37,110	1,87	5	1,33	65,98				
115	38,405	1,92	5	1,30	64,48				

120	39,705	1,99	5	1,30	64,73				
125	41,000	2,05	5	1,30	64,48				
130	42,200	2,12	5	1,20	59,75	49,5	1,45	0,45	3,44
135	43,390	2,19	5	1,19	59,25				
140	44,570	2,26	5	1,18	58,76				
145	45,700	2,33	5	1,13	56,27				
150	46,830	2,41	5	1,13	56,27				
155	47,930	2,49	5	1,10	54,77				
160	49,000	2,58	5	1,07	53,28	49	1,45	0,45	3,44
165	50,025	2,67	5	1,03	51,04				
170,5	51,100	2,77	5,5	1,08	48,66				
175,5	52,045	2,86	5	0,95	47,05				
180	52,865	2,95	4,5	0,82	45,37	49,5	1,5	0,4	3,44
185	53,735	3,05	5	0,87	43,32				
190,333	54,625	3,15	5,333	0,89	41,55				
195	55,365	3,25	4,667	0,74	39,48				
200,333	56,175	3,36	5,333	0,81	37,81	49	1,45	0,4	3,44
205	56,845	3,45	4,667	0,67	35,74				
210	57,525	3,56	5	0,68	33,86				
215,167	58,200	3,67	5,1667	0,68	32,53				
220,167	58,815	3,78	5	0,61	30,62	48,5	1,5	0,3	3,44
225	59,400	3,88	4,8333	0,59	30,13				
235	60,495	4,10	10	1,10	27,26	49	1,5	0,35	3,44
240,5	61,100		5,5	0,61	27,39				
245	61,615		4,5	0,52	28,49				
250	62,180		5	0,56	28,13				
255	62,760		5	0,58	28,88	49	1,5	0,35	3,43
260	63,330		5	0,57	28,38				
265	63,900		5	0,57	28,38				
270	64,490		5	0,59	29,38				
275,083	65,085		5,0833	0,59	29,14				
285	66,290		9,9167	1,21	30,25				
290	66,890		5	0,60	29,88				
295	67,500		5	0,61	30,37				
300	68,095		5	0,59	29,63				
305	68,710		5	0,61	30,62				
310	69,320		5	0,61	30,37				
315	69,925		5	0,61	30,12				
320	70,585		5	0,66	32,86				
325	71,220		5	0,64	31,62	49	1,5	0,35	3,44
330	71,800		5	0,58	28,88				
335,083	72,425		5,0833	0,63	30,61				
340,083	73,040		5	0,62	30,62				
345	73,670		4,9167	0,63	31,90				
350	74,305		5	0,64	31,62				
355	74,940		5	0,63	31,62				
360	75,585		5	0,64	32,12				
367,5	76,600		7,5	1,02	33,69				

370,333	76,975	2,833	0,38	32,95				
375	77,585	4,667	0,61	32,54				
380,083	78,220	5,0833	0,64	31,10				
385,083	78,900	5	0,68	33,86				
390	79,565	4,9167	0,66	33,67				
396	80,380	6	0,81	33,82				
400	80,920	4	0,54	33,61	50	1,5	0,4	3,43
405	81,605	5	0,69	34,11				
410,5	82,345	5,5	0,74	33,50				
415	82,955	4,5	0,61	33,75				
420,083	83,685	5,0833	0,73	35,75				
425	84,360	4,9167	0,67	34,18				
430	85,060	5	0,70	34,85				
436	85,920	6	0,86	35,68				
440	86,495	4	0,58	35,79				
445	87,210	5	0,71	35,60				
450	87,940	5	0,73	36,35				
456	88,825	6	0,89	36,72				
460,083	89,440	4,0833	0,61	37,50				
465	90,190	4,9167	0,75	37,98				
470	90,935	5	0,75	37,10				
475	91,695	5	0,76	37,84				
480	92,455	5	0,76	37,84				
485	93,210	5	0,75	37,59				
490	93,970	5	0,76	37,84				
495	94,745	5	0,78	38,59				
500	95,515	5	0,77	38,34				
505	96,285	5	0,77	38,34				
510	97,050	5	0,77	38,09	50	1,5	0,4	3,44
516,083	98,010	6,0833	0,96	39,29				
520	98,615	3,9167	0,60	38,46				
525	99,415	5	0,80	39,83				
530	100,255	CD2 5	0,84	41,83				
535	100,990	5	0,73	36,60				
540	101,805	5	0,82	40,58				
546	102,780	6	0,97	40,46	50	1,5	0,4	3,45
550	103,440	4	0,66	41,08				
555,5	104,340	5,5	0,90	40,74				
560	105,065	4,5	0,72	40,11				
565	105,905	5	0,84	41,83				
570	106,750	5	0,84	42,07				
576	107,740	6	0,99	41,08				
581,5	108,665	5,5	0,93	41,87				
585	109,270	3,5	0,60	43,03				
590	110,125	5	0,86	42,57				
596	111,145	6	1,02	42,32				
600	111,840	4	0,70	43,26				
606	112,825	6	0,98	40,87				

610	113,525	4	0,70	43,57				
615	114,365	5	0,84	41,83				
621,5	115,445	6,5	1,08	41,37				
625,667	116,140	4,167	0,70	41,52				
630	116,880	4,333	0,74	42,52				
635	117,725	5	0,84	42,07				
640	118,570	5	0,84	42,07				
645	119,380	5	0,81	40,33				
650	120,190	5	0,81	40,33				
655	120,990	5	0,80	39,83				
660	121,780	5	0,79	39,34				
665	122,555	5	0,78	38,59	50	1,5	0,4	3,44
670	123,350	5	0,79	39,59				
675	124,115	5	0,77	38,09				
685,5	125,715	10,5	1,60	37,94				
690	126,410	4,5	0,69	38,45				
695	127,170	5	0,76	37,84				
700	127,940	5	0,77	38,34				
705,667	128,825	5,667	0,88	38,88				
710	129,510	4,333	0,69	39,36				
715	130,290	5	0,78	38,84				
720	131,060	5	0,77	38,34	50	1,4	0,4	3,45
725,333	131,890	5,333	0,83	38,75				
730,083	132,645	4,7503	0,76	39,57				
735,5	133,475	5,4167	0,83	38,15				
740	134,185	4,5	0,71	39,28				
745	134,980	5	0,79	39,59				
752,5	136,180	7,5	1,20	39,83				
755,5	136,660	3	0,48	39,83				
760	137,380	4,5	0,72	39,83				
765,083	138,215	5,0833	0,84	40,90				
770	138,995	4,9167	0,78	39,50				
775	139,785	5	0,79	39,34				
776,333	140,000	CD4 1,333	0,22	40,16				

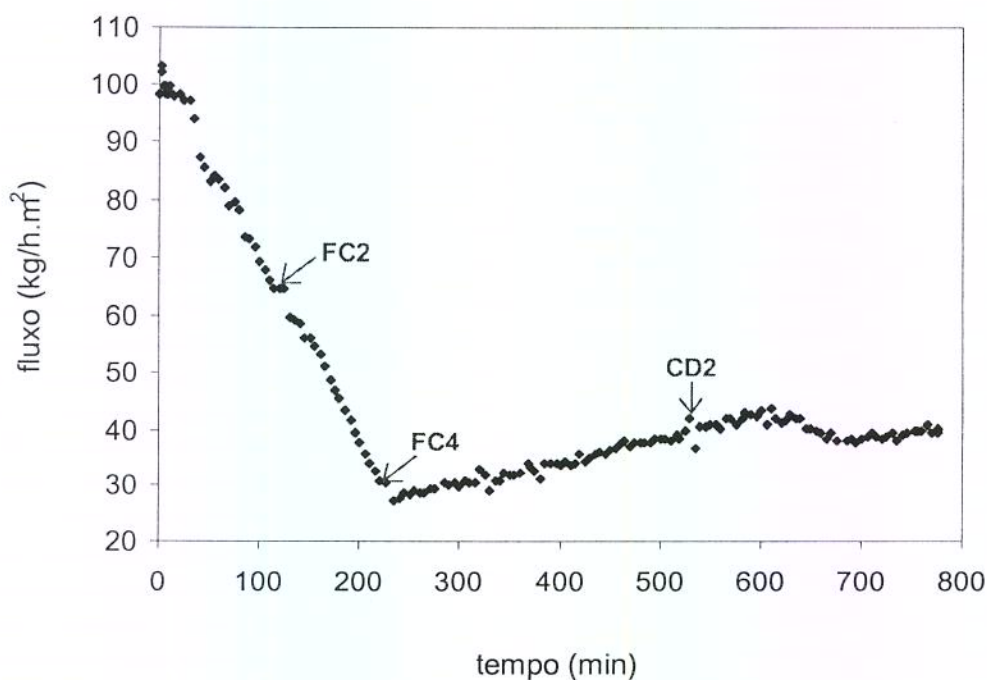


Figura A 21. Curvas de permeação para o leite microfiltrado a 4,0 m/s,
a pressão transmembrana de 0,9 bar

Aumento do fluxo = 47,32%

Tabela A21. Mudança da composição centesimal* do leite durante a microfiltração
a 4,0 m/s, a pressão transmembrana de 0,9 bar

	<i>ST</i>	<i>Cinzas</i>	<i>Proteína</i>	<i>Caseína</i>	<i>PS</i>	<i>Gordura</i>	<i>NNP</i>	<i>Lactose</i>
A	8,71 ± 0,05	0,71 ± 0,03	2,90 ± 0,00	2,59 ± 0,08	0,20 ± 0,00	0,17 ± 0,00	0,030 ± 0,000	4,74
C2	11,57 ± 0,00	0,90 ± 0,09	5,94 ± 0,00	5,55 ± 0,03	0,40 ± 0,00	0,44 ± 0,01	0,036 ± 0,000	4,06
C4	17,48 ± 0,01	1,46 ± 0,05	11,60 ± 0,00	10,76 ± 0,04	0,84 ± 0,00	0,54 ± 0,07	0,040 ± 0,000	3,63
CD2	13,94 ± 0,04	1,14 ± 0,06	12,01 ± 0,02	11,49 ± 0,01	0,52 ± 0,00	0,14 ± 0,03	0,007 ± 0,000	0,61
CD4	14,47 ± 0,04	1,10 ± 0,03	12,97 ± 0,02	12,59 ± 0,02	0,10 ± 0,00	0,25 ± 0,04	0,008 ± 0,000	0,10
P**	5,70 ± 0,01	0,43 ± 0,13	0,10 ± 0,02	0,001 ± 0,001	0,10 ± 0,01	0,04 ± 0,01	0,028 ± 0,002	4,96

*Composição centesimal, onde cada valor é a média de três pontos (média ± desvio padrão)

**P = composição centesimal média de todo o permeado coletado até FC = 4

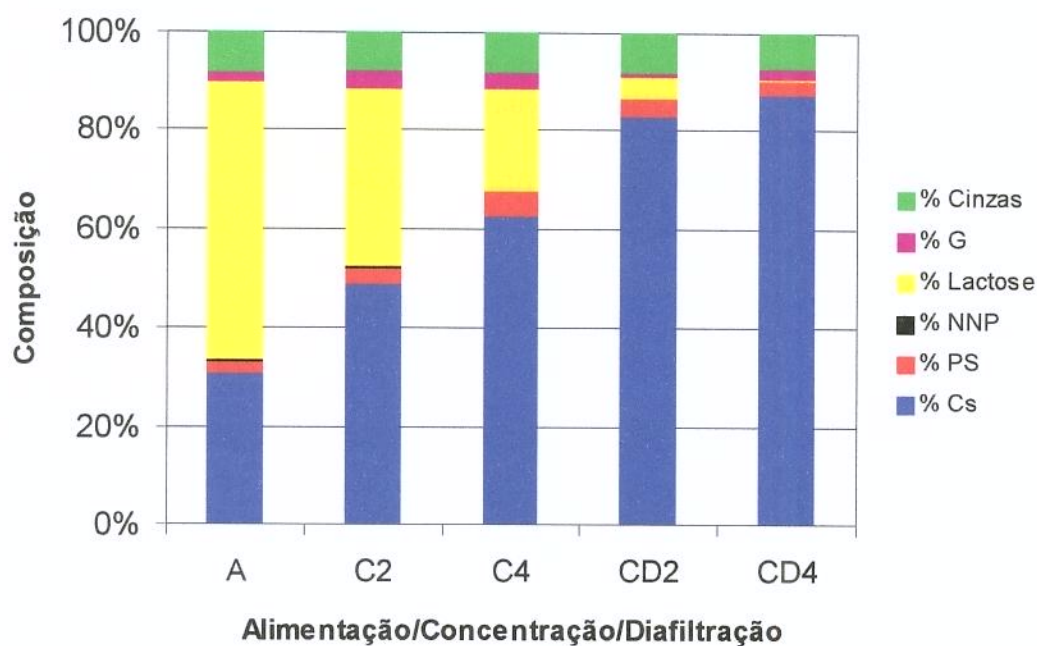


Figura A 22. Composição, em base seca, da alimentação e dos concentrados de caseína para o experimento 7

Tabela A22. Balanço de massa para o experimento 7*

	<i>ST</i>	<i>Cinzas</i>	<i>Pt</i>	<i>Cs</i>	<i>PS</i>	<i>G</i>	<i>NNP</i>	<i>Lactose</i>
<i>Alimentação:</i>								
	6969,4	564,6	2320,0	2073,0	159,4	138,2	23,9	3794,2
<i>FC Concentrado + Permeado médio:</i>								
2	6908,8	36042,7	2417,5	2219,5	198,0	192,3	25,9	3605,0
4	6916,4	29503,1	2380,4	2152,6	227,8	130,5	24,9	3699,1

*Quantidade, em kg, de cada componente

Experimento No. 8

Matéria prima: 80 kg LP desnatado reconstituído
 (1 kg LP/10 kg água)
 pH = 6,63
Membrana: Membralox - 0,1 μm - A = 0,241 m²
 T = 50 °C
 $v = 4 \text{ m/s} \Rightarrow Q = 3,44 \text{ m}^3/\text{h}$
 P transm = 3,1 bar
 FC = 4; CD = 4

Tabela A23. Fluxo de permeado e condições de operação para o experimento 8

<i>tempo</i> (min)	<i>peso perm.</i> (kg)	<i>FC</i>	Δt (min)	Δ peso perm. (kg)	<i>fluxo</i> (kg/m ² .h)	<i>T</i> (°C)	<i>P1</i> (bar)	<i>P2</i> (bar)	<i>Q</i> (m ³ /h)
0									
1	0,515	1,01	1	0,52	128,22				
2	1,070	1,01	1	0,56	138,17	50	3,5	2,6	3,43
3,1667	1,720	1,02	1,1667	0,65	138,70				
4	2,180	1,03	0,8333	0,46	137,43				
5	2,740	1,04	1	0,56	139,42				
6	3,305	1,04	1	0,57	140,66	50	3,55	2,6	3,44
7	3,800	1,05	1	0,50	123,24				
8	4,410	1,06	1	0,61	151,87				
9	4,960	1,07	1	0,55	136,93				
10	5,500	1,07	1	0,54	134,44	50	3,55	2,65	3,44
15	8,195	1,11	5	2,70	134,19				
20,1667	10,935	1,16	5,1667	2,74	132,03				
25	13,460	1,20	4,8333	2,53	130,06				
30	16,025	1,25	5	2,57	127,72	50	3,6	2,65	3,44
35	18,545	1,30	5	2,52	125,48				
41	21,510	1,37	6	2,97	123,03				
45	23,450	1,41	4	1,94	120,75				
50	25,820	1,48	5	2,37	118,01				
55	28,140	1,54	5	2,32	115,52				
60	30,390	1,61	5	2,25	112,03				
65	32,585	1,69	5	2,20	109,29	50	3,65	2,65	3,44
70	34,715	1,77	5	2,13	106,06				
75	36,800	1,85	5	2,08	103,82				
80	38,815	1,94	5	2,02	100,33				
85	40,750	2,04	5	1,94	96,35				
90	42,605	2,14	5	1,86	92,37	50	3,65	2,65	3,44
95	44,395	2,25	5	1,79	89,13				
100	46,100	2,36	5	1,71	84,90				
105	47,725	2,48	5	1,63	80,91				

110	49.260	2,60	5	1,54	76,43				
115,333	50.825	2,74	5,333	1,57	73,06				
120	52.110	2,87	4,667	1,29	68,55	50	3,75	2,6	3,45
125	53.400	3,01	5	1,29	64,23				
130	54.660	3,16	5	1,26	62,74				
135	55.765	3,30	5	1,11	55,02				
140	56.820	3,45	5	1,06	52,53				
145	57.800	3,60	5	0,98	48,80				
150,333	58.760	3,77	5,333	0,96	44,82				
155	59.550	3,91	4,667	0,79	42,14	50,5	3,75	2,6	3,45
160	60.350	4,07	5	0,80	39,83				
165,167	61.180		5,1667	0,83	39,99				
170,5	62.055		5,3333	0,88	40,85				
175	62.795		4,5	0,74	40,94				
180	63.620		5	0,82	41,08				
185	64.450		5	0,83	41,33				
190	65.285		5	0,83	41,58				
195	66.120		5	0,84	41,58				
200	66.960		5	0,84	41,83				
205	67.755		5	0,80	39,59				
210	68.580		5	0,83	41,08				
215	69.480		5	0,90	44,81				
220	70.385		5	0,91	45,06				
225	71.320		5	0,93	46,56				
230,167	72.275		5,1667	0,96	46,02				
235	73.180		4,8333	0,91	46,62				
240	74.130		5	0,95	47,30	51	3,7	2,6	3,44
245	75.090		5	0,96	47,80				
250	76.055		5	0,97	48,05				
255	77.025		5	0,97	48,30				
260	77.985		5	0,96	47,80				
265	78.960		5	0,97	48,55				
270	79.955		5	1,00	49,54				
275	80.950		5	1,00	49,54				
280	81.945		5	0,99	49,54				
285	82.940		5	1,00	49,54				
291	84.140		6	1,20	49,79				
295	84.945		4	0,80	50,10				
300	85.980		5	1,04	51,54				
305,167	87.000		5,1667	1,02	49,15	50	3,75	2,6	3,44
310	88.000		4,8333	1,00	51,51				
315	88.990		5	0,99	49,29				
320	89.960		5	0,97	48,30				
325,167	90.975		5,1667	1,02	48,91				
330	91.945		4,8333	0,97	49,96				
335	92.930		5	0,99	49,05				
340	93.935		5	1,01	50,04				
345	94.965		5	1,03	51,29				

350	95,990	5	1,02	51,04				
355	97,025	5	1,04	51,54				
360	98,060	5	1,04	51,54				
365,167	99,160	CD2	5,1667	1,10	53,00			
370,5	100,305		5,3333	1,15	53,45			
375	101,260		4,5	0,95	52,84			
380	102,365		5	1,10	55,02	49	3,75	2,6 3,44
385	103,490		5	1,13	56,02			
390	104,625		5	1,14	56,51			
400	106,940		10	2,32	57,63			
405	108,165		5	1,23	61,00			
410,667	109,515		5,667	1,35	59,31			
415	110,585		4,333	1,07	61,48			
420	111,825		5	1,24	61,74			
425	113,090		5	1,27	62,99			
430,167	114,460		5,1667	1,37	66,01			
435	115,755		4,8333	1,30	66,71			
440	117,085		5	1,33	66,22	50	3,7	2,6 3,44
445	118,425		5	1,34	66,72			
450	119,775		5	1,35	67,22			
455	121,175		5	1,40	69,71			
460	122,560		5	1,39	68,96			
465	123,940		5	1,38	68,71			
470	125,300		5	1,36	67,72			
475	126,725		5	1,43	70,95			
480	128,140		5	1,41	70,46	50	3,7	2,6 3,43
485,167	129,610		5,1667	1,47	70,83			
490,167	131,040		5	1,43	71,20			
495	132,430		4,8333	1,39	71,60			
500	133,900		5	1,47	73,20			
505	135,365		5	1,47	72,95			
510	136,845		5	1,48	73,69	50	3,75	2,6 3,44
515	138,330		5	1,49	73,94			
520	139,845		5	1,51	75,44			
520,5	140,000	CD4	0,5	0,16	77,18			

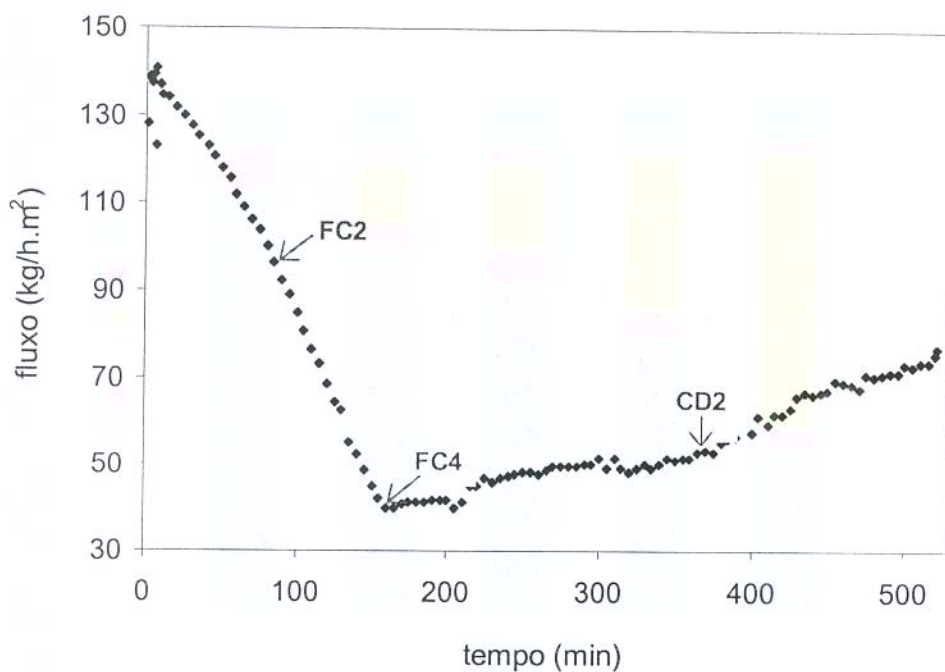


Figura A 23. Curva de permeação para o leite microfiltrado a 4,0 m/s,
a pressão transmembrana de 3,1 bar

Aumento do fluxo = 93,77%

Tabela A24. Mudança da composição centesimal* do leite durante a microfiltração
a 4,0 m/s, a pressão transmembrana de 3,1 bar

	<i>ST</i>	<i>Cinzas</i>	<i>Proteína</i>	<i>Caseína</i>	<i>PS</i>	<i>Gordura</i>	<i>NNP</i>	<i>Lactose</i>
A	8,62 ± 0,03	0,63 ± 0,00	2,93 ± 0,00	2,61 ± 0,00	0,32 ± 0,00	0,20 ± 0,01	0,032 ± 0,000	4,65
C2	11,90 ± 0,04	0,94 ± 0,00	6,76 ± 0,04	6,20 ± 0,03	0,57 ± 0,00	0,21 ± 0,01	0,037 ± 0,000	3,75
C4	18,34 ± 0,09	1,53 ± 0,02	12,73 ± 0,01	11,62 ± 0,02	1,11 ± 0,00	0,58 ± 0,02	0,045 ± 0,000	3,21
CD2	14,55 ± 0,01	1,23 ± 0,00	10,95 ± 0,02	10,12 ± 0,00	0,83 ± 0,01	0,52 ± 0,01	0,021 ± 0,001	1,71
CD4	13,92 ± 0,01	1,12 ± 0,01	12,20 ± 0,04	11,31 ± 0,01	0,89 ± 0,00	0,49 ± 0,02	0,016 ± 0,000	0,01

* Composição centesimal, onde cada valor é a média de três pontos (média ± desvio padrão)

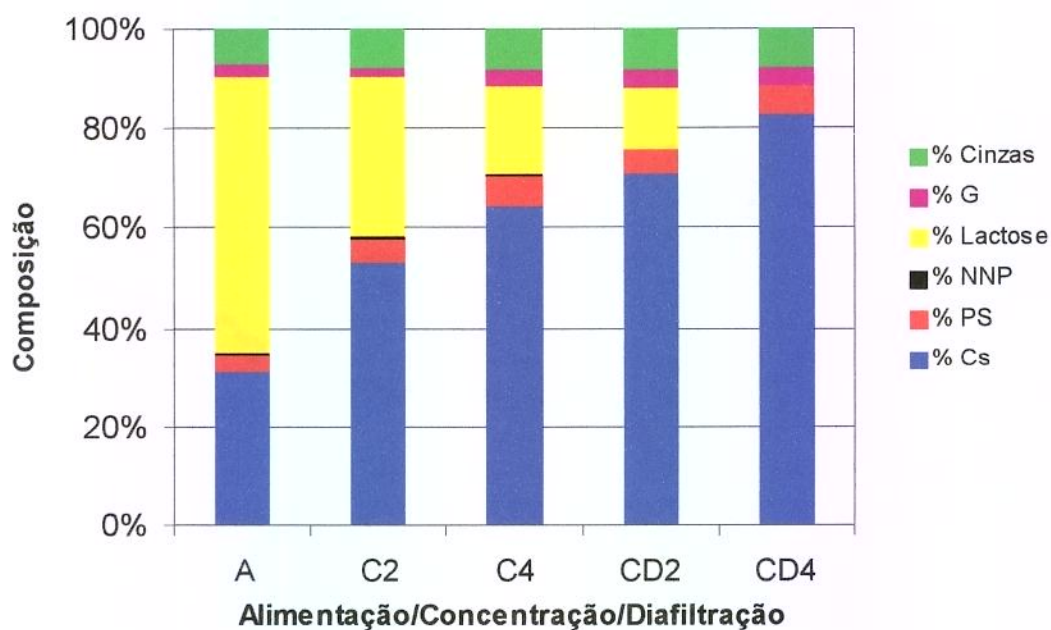


Figura A 24. Composição, em base seca, da alimentação e dos concentrados de caseína para o experimento 8

Experimento No. 9

Matéria prima: 80 kg LP desnatado reconstituído
 pH = 6,70
 Membrana: Membralox - 0,1 mm - A = 0,241 m²
 T = 50 °C
 $v = 4 \text{ m/s} \Rightarrow Q = 3,44 \text{ m}^3/\text{h}$
 P transm = 2 bar
 FC = 4; CD = 4

Tabela A25. Fluxo de permeado e condições de operação para o experimento 9

tempo (min)	peso perm. (kg)	FC	Δt (min)	Δ peso perm. (kg)	fluxo (kg/m ² .h)	T (°C)	P1 (bar)	P2 (bar)	Q (m ³ /h)
0									
1	0,440	1,01	1	0,44	109,54	50	2,4	1,6	3,45
2	0,985	1,01	1	0,55	135,68				
3	1,535	1,02	1	0,55	136,93				
4	2,090	1,03	1	0,56	138,17				
5	2,660	1,03	1	0,57	141,91	50	2,4	1,6	3,44
6	3,195	1,04	1	0,54	133,20				
7	3,740	1,05	1	0,55	135,68				
8,1667	4,380	1,06	1,1667	0,64	136,57				
9	4,840	1,06	0,8333	0,46	137,43				
10	5,375	1,07	1	0,54	133,20	50	2,45	1,55	3,44
15	8,040	1,11	5	2,67	132,70				
20	10,655	1,15	5	2,62	130,21	50	2,45	1,55	3,44
25	13,230	1,20	5	2,58	128,22				
30	15,760	1,25	5	2,53	125,98				
35	18,230	1,30	5	2,47	122,99				
40	20,655	1,35	5	2,43	120,75				
45	23,030	1,40	5	2,38	118,26				
50,333	25,490	1,47	5,333	2,46	114,84				
55	27,600	1,53	4,667	2,11	112,56				
60,1667	29,875	1,60	5,1667	2,28	109,62				
65	31,940	1,66	4,8333	2,07	106,37				
70	34,015	1,74	5	2,08	103,32				
75,1667	36,095	1,82	5,1667	2,08	100,23				
80,1667	38,040	1,91	5	1,95	96,85	50	2,5	1,5	3,44
85	39,860	1,99	4,8333	1,82	93,75				
90	41,690	2,09	5	1,83	91,12	50	2,5	1,5	3,44
95	43,440	2,19	5	1,75	87,14				
100	45,125	2,29	5	1,69	83,90				
105	46,730	2,40	5	1,61	79,92				
110	48,255	2,52	5	1,53	75,93				

115	49,705	2,64	5	1,45	72,20				
120	51,090	2,77	5	1,39	68,96				
125	52,390	2,90	5	1,30	64,73				
130,167	53,655	3,04	5,1667	1,27	60,96				
135	54,770	3,17	4,8333	1,12	57,43				
140	55,840	3,31	5	1,07	53,28				
145	56,845	3,45	5	1,01	50,04				
150	57,780	3,60	5	0,94	46,56	50	2,6	1,4	3,44
155	58,650	3,75	5	0,87	43,32				
160	59,450	3,89	5	0,80	39,83				
165	60,205	4,04	5	0,75	37,59				
170	61,000		5	0,80	39,59				
175	61,800		5	0,80	39,83				
180,333	62,700		5,333	0,90	42,02				
190	64,425		9,667	1,72	44,43				
195	65,325		5	0,90	44,81				
200	66,230		5	0,91	45,06	50	2,5	1,5	3,44
205	67,135		5	0,91	45,06				
210	68,045		5	0,91	45,31				
216	69,140		6	1,10	45,44				
220	69,875		4	0,73	45,75				
225,5	70,890		5,5	1,02	45,94				
230	71,720		4,5	0,83	45,92				
235	72,645		5	0,92	46,06				
240	73,575		5	0,93	46,31				
245	74,510		5	0,94	46,56				
250	75,450		5	0,94	46,80				
255	76,390		5	0,94	46,80				
260	77,335		5	0,94	47,05				
265	78,285		5	0,95	47,30				
270	79,200		5	0,92	45,56				
275	79,780		5	0,58	28,88				
280	80,720		5	0,94	46,80				
285	81,670		5	0,95	47,30				
290	82,640		5	0,97	48,30	49,5	2,5	1,5	3,44
295	83,600		5	0,96	47,80				
300	84,590		5	0,99	49,29				
305	85,595		5	1,01	50,04				
310	86,610		5	1,02	50,54				
315	87,605		5	1,00	49,54				
320	88,630		5	1,02	51,04				
325	89,665		5	1,04	51,54				
330	90,710		5	1,04	52,03				
335	91,760		5	1,05	52,28				
340	92,810		5	1,05	52,28				
345,5	93,970		5,5	1,16	52,51				
350	94,920		4,5	0,95	52,56				
355,167	96,015		5,1667	1,10	52,76				

360	97,040		4,8333	1,03	52,80				
365	98,000		5	0,96	47,80				
370	99,000	CD2	5	1,00	49,79				
381	101,355		11	2,36	53,30				
385	102,225		4	0,87	54,15				
390	103,355		5	1,13	56,27	50	2,5	1,5	3,44
395,5	104,615		5,5	1,26	57,04				
401	105,890		5,5	1,28	57,71				
405	106,835		4	0,94	58,82				
410	108,010		5	1,18	58,51				
415	109,210		5	1,20	59,75				
420	110,405		5	1,20	59,50				
425	111,640		5	1,24	61,49				
430	112,880		5	1,24	61,74				
436	114,405		6	1,53	63,28				
440	115,440		4	1,04	64,42				
445	116,725		5	1,29	63,98				
450	118,065		5	1,34	66,72				
455	119,410		5	1,35	66,97				
460	120,760		5	1,35	67,22				
465	122,120		5	1,36	67,72	50	2,6	1,4	3,44
470	123,515		5	1,40	69,46				
475	124,910		5	1,40	69,46				
480	126,330		5	1,42	70,71				
485,167	127,800		5,1667	1,47	70,83				
492	129,750		6,8333	1,95	71,05				
495	130,630		3	0,88	73,03				
500,167	132,140		5,1667	1,51	72,76				
505	133,575		4,8333	1,44	73,92				
510	135,060		5	1,49	73,94				
516	136,840		6	1,78	73,86				
520	138,050		4	1,21	75,31	50	2,6	1,4	3,44
525	139,565		5	1,51	75,44				
526,5	140,000	CD4	1,5	0,44	72,20				

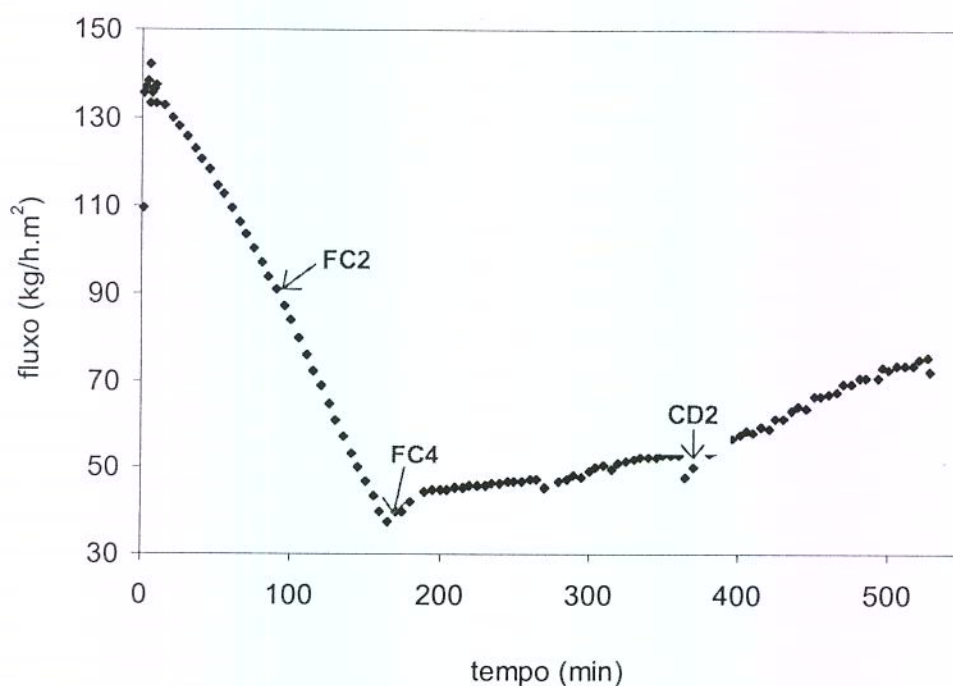


Figura A 25. Curva de permeação para o leite microfiltrado a 4,0 m/s, a pressão transmembrana de 2,0 bar

Aumento do fluxo = 92,07%

Tabela A26. Mudança da composição centesimal* do leite durante a microfiltração a 4,0 m/s, a pressão transmembrana de 2,0 bar

	<i>ST</i>	<i>Cinzas</i>	<i>Proteína</i>	<i>Caseína</i>	<i>PS</i>	<i>Gordura</i>	<i>NNP</i>	<i>Lactose</i>
A	8,44 ± 0,05	0,56 ± 0,01	2,78 ± 0,01	2,47 ± 0,02	0,31 ± 0,00	0,17 ± 0,00	0,030 ± 0,000	4,74
C2	12,16 ± 0,03	0,87 ± 0,01	6,49 ± 0,03	5,87 ± 0,02	0,61 ± 0,00	0,32 ± 0,01	0,034 ± 0,000	4,27
C4	18,50 ± 0,01	1,48 ± 0,01	12,67 ± 0,01	11,59 ± 0,03	1,08 ± 0,00	0,52 ± 0,04	0,042 ± 0,000	3,55
CD2	14,98 ± 0,05	1,23 ± 0,03	12,85 ± 0,05	12,09 ± 0,02	0,75 ± 0,00	0,76 ± 0,03	0,020 ± 0,000	0,02
CD4	13,79 ± 0,02	1,02 ± 0,08	12,16 ± 0,01	11,53 ± 0,01	0,63 ± 0,00	0,51 ± 0,01	0,014 ± 0,002	0,01

* Composição centesimal, onde cada valor é a média de três pontos (média ± desvio padrão)

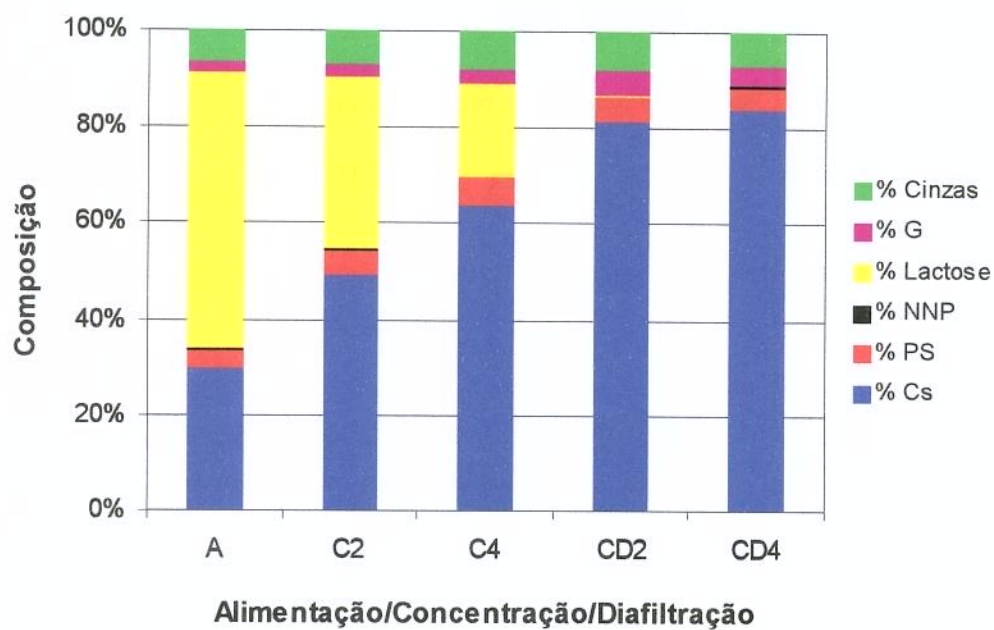


Figura A 26. Composição, em base seca, da alimentação e dos concentrados de caseína para o experimento 9

Experimento No. 10

Matéria prima: 80 kg LP desnatado reconstituído
 pH = 6,78
 Membrana: Membralox - 0,1 μm - A = 0,241 m^2
 T = 50 °C
 $v = 4 \text{ m/s} \Rightarrow Q = 3,44 \text{ m}^3/\text{h}$
 P transm = 2 bar
 FC = 4; CD = 4

Tabela A27. Fluxo de permeado e condições de operação para o experimento 10

tempo (min)	peso perm. (kg)	FC	Δt (min)	Δ peso perm. (kg)	fluxo ($\text{kg}/\text{m}^2.\text{h}$)	T (°C)	P1 (bar)	P2 (bar)	Q (m^3/h)
0									
1	0,570	1,01	1	0,57	141,91	51	2,4	1,5	3,44
2	1,155	1,01	1	0,59	145,64				
3	1,735	1,02	1	0,58	144,40				
4	2,320	1,03	1	0,59	145,64				
5,167	2,990	1,04	1,167	0,67	142,93				
6,167	3,570	1,05	1	0,58	144,40				
7	4,045	1,05	0,833	0,48	141,97				
8	4,620	1,06	1	0,58	143,15				
9	5,190	1,07	1	0,57	141,91				
10	5,760	1,08	1	0,57	141,91	50,5	2,4	1,6	3,45
15	8,545	1,12	5	2,79	138,67				
20	11,260	1,16	5	2,72	135,19				
25	13,920	1,21	5	2,66	132,45				
30	16,540	1,26	5	2,62	130,46	50,5	2,4	1,6	3,44
36	19,565	1,32	6	3,03	125,52				
40	21,605	1,37	4	2,04	126,97				
45	24,040	1,43	5	2,44	121,24				
50	26,420	1,49	5	2,38	118,51				
55	28,740	1,56	5	2,32	115,52				
60	31,010	1,63	5	2,27	113,03				
65	33,200	1,71	5	2,19	109,05				
70	35,330	1,79	5	2,13	106,06				
76	37,780	1,89	6	2,45	101,66				
80	39,360	1,97	4	1,58	98,34	50	2,6	1,6	3,43
85,5	41,445	2,07	5,5	2,09	94,38				
90,5	43,260	2,18	5	1,82	90,37	50	2,5	1,5	3,44
95	44,830	2,27	4,5	1,57	86,86				
100	46,500	2,39	5	1,67	83,15				
105,5	48,225	2,52	5,5	1,73	78,08				
110,5	49,720	2,64	5	1,50	74,44				
115	50,995	2,76	4,5	1,28	70,54				

120	52,330	2,89	5	1,34	66,47				
125	53,600	3,03	5	1,27	63,24				
130	54,765	3,17	5	1,17	58,01				
135,5	55,950	3,33	5,5	1,19	53,64				
140	56,875	3,46	4,5	0,92	51,18				
145,5	57,910	3,62	5,5	1,04	46,85				
150	58,700	3,76	4,5	0,79	43,71				
155	59,510	3,90	5	0,81	40,33				
160	60,280	4,06	5	0,77	38,34	50	2,5	1,5	3,44
165,5	61,125		5,5	0,84	38,25				
170,5	61,900		5	0,77	38,59				
175,5	62,690		5	0,79	39,34				
180	63,415		4,5	0,73	40,11				
185,167	64,245		5,167	0,83	39,99				
190	65,030		4,833	0,78	40,44				
195	65,860		5	0,83	41,33	50	2,5	1,5	3,44
200	66,700		5	0,84	41,83				
205	67,535		5	0,83	41,58				
210	68,370		5	0,84	41,58	50	2,6	1,4	3,43
215,5	69,290		5,5	0,92	41,64				
220	70,055		4,5	0,77	42,32	50	2,6	1,4	3,44
225,5	71,000		5,5	0,94	42,78				
230	71,790		4,5	0,79	43,71				
235,5	72,740		5,5	0,95	43,00				
240	73,525		4,5	0,79	43,43				
245,5	74,490		5,5	0,96	43,68				
250	75,280		4,5	0,79	43,71				
255,5	76,235		5,5	0,95	43,23	50	2,6	1,4	3,44
260	77,030		4,5	0,80	43,98				
265	77,930		5	0,90	44,81				
270	78,805		5	0,88	43,57	49,5	2,6	1,4	3,44
275	79,715		5	0,91	45,31				
280	80,620		5	0,91	45,06				
285	81,545		5	0,92	46,06				
290,5	82,565		5,5	1,02	46,17				
295	83,425		4,5	0,86	47,58				
300	84,380		5	0,95	47,55				
306,5	85,640		6,5	1,26	48,26				
310	86,305		3,5	0,67	47,30	49	2,6	1,4	3,44
317,5	87,800		7,5	1,49	49,63				
320	88,315		2,5	0,52	51,29				
325,167	89,365		5,167	1,05	50,59				
330	90,360		4,833	1,00	51,26	49,5	2,6	1,4	3,44
337,5	91,920		7,5	1,56	51,78				
340	92,465		2,5	0,55	54,27				
345	93,515		5	1,05	52,28				
350	94,590		5	1,08	53,53				
355	95,650		5	1,06	52,78				

360	96,740	5	1,09	54,27	50	2,6	1,4	3,44
365	97,845	5	1,11	55,02				
370,5	98,955	5,5	1,11	50,25				
375	99,930	CD2	4,5	0,98	53,94			
380	101,030		5	1,10	54,77			
385,5	102,330		5,5	1,30	58,85			
390	103,430		4,5	1,10	60,86			
395	104,655		5	1,22	61,00			
400	105,890		5	1,24	61,49			
405	107,155		5	1,27	62,99			
410	108,450		5	1,30	64,48			
415	109,735		5	1,29	63,98			
420	110,995		5	1,26	62,74	50,5	2,6	1,4
425	112,345		5	1,35	67,22			
430,167	113,730		5,167	1,39	66,73			
435	115,020		4,833	1,29	66,45			
440,5	116,530		5,5	1,51	68,35			
445,5	117,915		5	1,39	68,96			
450	119,140		4,5	1,22	67,77			
455	120,500		5	1,36	67,72			
460	121,935		5	1,44	71,45			
465	123,345		5	1,41	70,21			
470	124,785		5	1,44	71,70			
475	126,220		5	1,44	71,45			
480	127,705		5	1,49	73,94	50	2,6	1,4
485,5	129,325		5,5	1,62	73,33			
490	130,635		4,5	1,31	72,48			
495	132,135		5	1,50	74,69			
500	133,665		5	1,53	76,18			
506	135,525		6	1,86	77,18			
510	136,725		4	1,20	74,69	50	2,6	1,4
515	138,255		5	1,53	76,18			
520	139,825		5	1,57	78,17			
520,583	140,000	CD4	0,583	0,18	74,73			

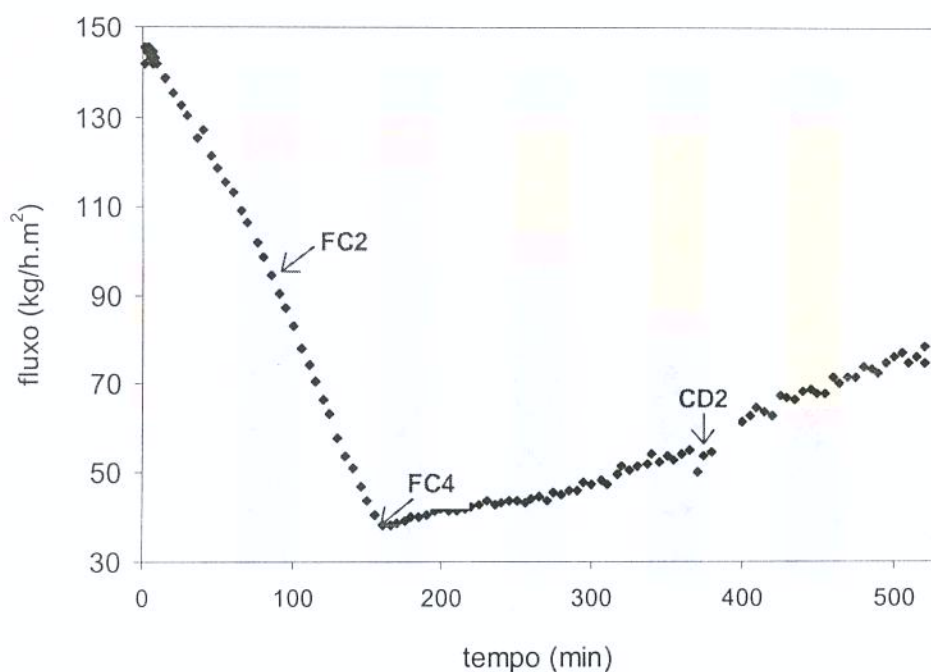


Figura A 27. Curvas de permeação para o leite microfiltrado a 4,0 m/s, a pressão transmembrana de 2,0 bar

Aumento do fluxo = 94,91%

Tabela A28. Mudança da composição centesimal* do leite durante a microfiltração a 4,0 m/s, a pressão transmembrana de 2,0 bar

	<i>ST</i>	<i>Cinzas</i>	<i>Proteína</i>	<i>Caseína</i>	<i>PS</i>	<i>Gordura</i>	<i>NNP</i>	<i>Lactose</i>
A	8,85 ± 0,03	0,63 ± 0,01	2,91 ± 0,00	2,59 ± 0,01	0,32 ± 0,00	0,20 ± 0,00	0,029 ± 0,000	4,92
C2	12,08 ± 0,04	0,90 ± 0,01	6,25 ± 0,01	5,68 ± 0,02	0,57 ± 0,00	0,46 ± 0,00	0,034 ± 0,000	4,26
C4	17,15 ± 0,16	1,48 ± 0,01	12,24 ± 0,02	11,19 ± 0,00	1,05 ± 0,00	0,49 ± 0,03	0,040 ± 0,000	3,83
CD2	13,36 ± 0,03	1,15 ± 0,03	11,55 ± 0,04	10,76 ± 0,03	0,79 ± 0,00	0,36 ± 0,00	0,016 ± 0,000	0,19
CD4	13,36 ± 0,00	1,13 ± 0,01	11,60 ± 0,09	10,95 ± 0,00	0,65 ± 0,00	0,44 ± 0,00	0,014 ± 0,000	0,11

* Composição centesimal, onde cada valor é a média de três pontos (média ± desvio padrão)

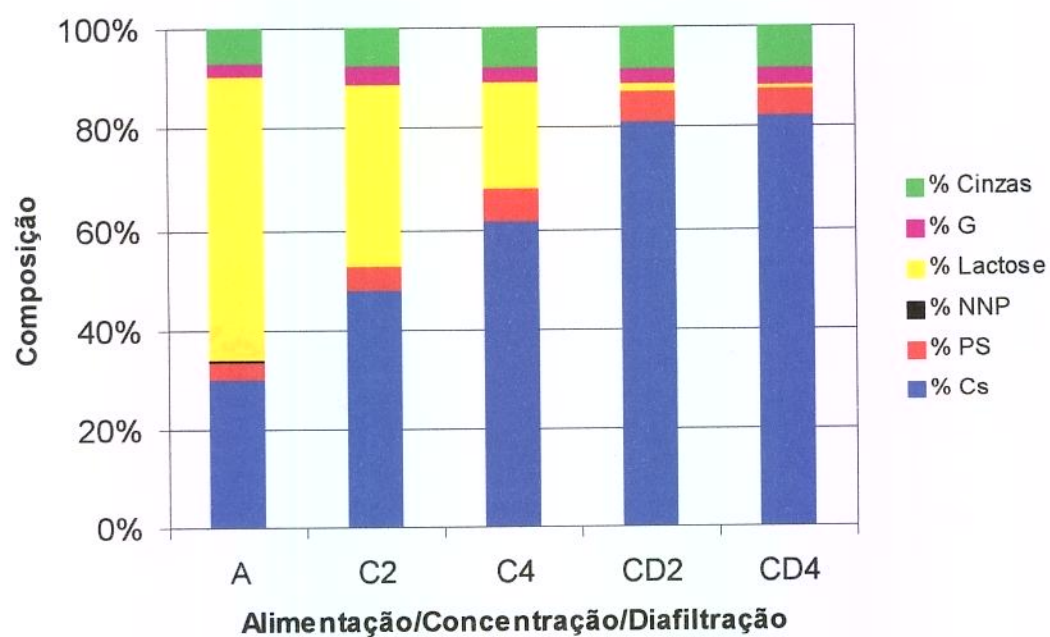


Figura A 28. Composição, em base seca, da alimentação e dos concentrados de caseína para o experimento 10

Experimento No. 11

Matéria prima: 80 kg LP desnatado reconstituído
 pH = 6,65
 Membrana: Membralox - 0,1 mm - A = 0,241 m²
 T = 50 °C
 $v = 4 \text{ m/s} \Rightarrow Q = 3,44 \text{ m}^3/\text{h}$
 P transm = 2 bar
 FC = 4; CD = 4

Tabela A29. Fluxo de permeado e condições de operação para o experimento 11

tempo (min)	peso perm. (kg)	FC	Δt (min)	Δ peso perm. (kg)	fluxo (kg/m ² .h)	T (°C)	P1 (bar)	P2 (bar)	Q (m ³ /h)
0									
1	0,540	1,01	1	0,54	134,44	50	2,4	1,6	3,44
2	1,085	1,01	1	0,55	135,68				
3	1,630	1,02	1	0,55	135,68	50	2,4	1,6	3,45
4	2,195	1,03	1	0,57	140,66				
5	2,760	1,04	1	0,57	140,66				
6	3,315	1,04	1	0,56	138,17	50	2,4	1,6	3,45
7,333	4,065	1,05	1,333	0,75	140,08				
8,5	4,710	1,06	1,167	0,65	137,60				
9	4,990	1,07	0,5	0,28	139,42	50	2,4	1,6	3,44
10	5,540	1,07	1	0,55	136,93	50	2,4	1,6	3,44
15	8,305	1,12	5	2,77	137,68				
20	11,000	1,16	5	2,70	134,19				
25	13,635	1,21	5	2,64	131,20	50	2,4	1,6	3,45
30	16,215	1,25	5	2,58	128,46				
35	18,755	1,31	5	2,54	126,47	50	2,4	1,6	3,45
40	21,200	1,36	5	2,45	121,74	50	2,4	1,6	3,44
45	23,675	1,42	5	2,48	123,24				
50	26,050	1,48	5	2,38	118,26	50	2,4	1,6	3,44
55	28,370	1,55	5	2,32	115,52				
60	30,630	1,62	5	2,26	112,53	50	2,4	1,6	3,44
65	32,845	1,70	5	2,22	110,29				
70	34,980	1,78	5	2,14	106,31				
75	37,055	1,86	5	2,08	103,32	50	2,4	1,6	3,44
80	39,045	1,95	5	1,99	99,09				
85	40,970	2,05	5	1,93	95,85				
90	42,890	2,16	5	1,92	95,60	50	2,4	1,6	3,45
95,333	44,780	2,27	5,333	1,89	88,23				
100,333	46,480	2,39	5	1,70	84,65	50	2,4	1,6	3,44
105	47,995	2,50	4,667	1,52	80,82				
110,5	49,675	2,64	5,5	1,68	76,05	50	2,4	1,6	3,44

115	50,980	2,76	4,5	1,31	72,20				
120	52,370	2,90	5	1,39	69,21				
125	53,680	3,04	5	1,31	65,23	50	2,4	1,6	3,44
130	54,925	3,19	5	1,25	61,99				
135,333	56,145	3,35	5,333	1,22	56,95				
140	57,130	3,50	4,667	0,98	52,55	49,5	2,4	1,6	3,44
145	58,135	3,66	5	1,01	50,04				
150	59,060	3,82	5	0,93	46,06	49,5	2,5	1,7	3,44
155,167	59,950	3,99	5,167	0,89	42,88				
160,5	60,800		5,333	0,85	39,68				
165	61,480		4,5	0,68	37,62				
170	62,235		5	0,76	37,59	49,5	2,5	1,7	3,43
175	62,995		5	0,76	37,84				
180	63,765		5	0,77	38,34				
185	64,555		5	0,79	39,34				
190	65,350		5	0,79	39,59				
195	66,155		5	0,81	40,08	49	2,5	1,7	3,44
200	66,980		5	0,83	41,08				
205,167	67,840		5,167	0,86	41,44				
210	68,640		4,833	0,80	41,21	49	2,55	1,5	3,45
215	69,465		5	0,83	41,08				
220	70,295		5	0,83	41,33				
225	71,135		5	0,84	41,83				
231,167	72,185		6,167	1,05	42,39	49	2,6	1,4	3,45
235	72,850		3,833	0,66	43,19	49	2,6	1,4	3,45
240	73,705		5	0,86	42,57				
245	74,570		5	0,86	43,07				
250	75,435		5	0,87	43,07				
255	76,305		5	0,87	43,32				
260	77,165		5	0,86	42,82				
265,5	78,125		5,5	0,96	43,46				
270	78,920		4,5	0,80	43,98				
275	79,780		5	0,86	42,82				
280	80,670		5	0,89	44,32				
285	81,555		5	0,89	44,07				
290	82,460		5	0,90	45,06				
295	83,370		5	0,91	45,31				
300	84,300		5	0,93	46,31	49	2,6	1,4	3,44
305,167	85,265		5,167	0,97	46,50				
310	86,180		4,833	0,92	47,13				
315	87,110		5	0,93	46,31				
320	88,085		5	0,97	48,55				
325	89,095		5	1,01	50,29				
330	90,090		5	1,00	49,54	49,5	2,6	1,4	3,45
335,333	91,155		5,333	1,07	49,72				
340	92,095		4,667	0,94	50,14				
345	93,160		5	1,07	53,03				
350	94,185		5	1,03	51,04	49,5	2,6	1,4	3,45

355,5	95,340	5,5	1,16	52,28				
360	96,270	4,5	0,93	51,45				
365,167	97,335	5,1667	1,07	51,32				
370,333	98,410	5,1663	1,08	51,80	50	2,6	1,4	3,45
375	99,395	4,667	0,98	52,55				
380	100,450	CD2	5	1,06	52,53			
385	101,525	5	1,08	53,53				
390	102,680	5	1,16	57,51	50	2,6	1,4	3,45
395	103,870	5	1,19	59,25				
400,5	105,185	5,5	1,32	59,52				
405,667	106,425	5,167	1,24	59,75				
410	107,510	4,333	1,09	62,34				
415,5	108,920	5,5	1,41	63,82				
420	110,000	4,5	1,08	59,75				
425	111,250	5	1,25	62,24				
430	112,585	5	1,33	66,47	50	2,6	1,4	3,44
435	113,910	5	1,33	65,98				
440	115,230	5	1,32	65,73				
447	117,135	7	1,91	67,75				
450	117,960	3	0,82	68,46	50	2,6	1,4	3,45
455,333	119,400	5,333	1,44	67,22				
460	120,655	4,667	1,26	66,95				
465	122,075	5	1,42	70,71				
470,667	123,655	5,667	1,58	69,41				
475,167	124,935	4,5	1,28	70,82				
480	126,280	4,833	1,35	69,29	50	2,6	1,5	3,45
485,167	127,765	5,167	1,49	71,55				
490,167	129,195	5	1,43	71,20				
495	130,555	4,833	1,36	70,06				
501,5	132,445	6,5	1,89	72,39	50	2,6	1,5	3,44
505	133,480	3,5	1,04	73,62				
510	134,980	5	1,50	74,69				
515	136,400	5	1,42	70,71				
520	137,885	5	1,48	73,94				
525,333	139,500	5,333	1,62	75,39				
527	140,000	CD4	1,667	0,50	74,67			

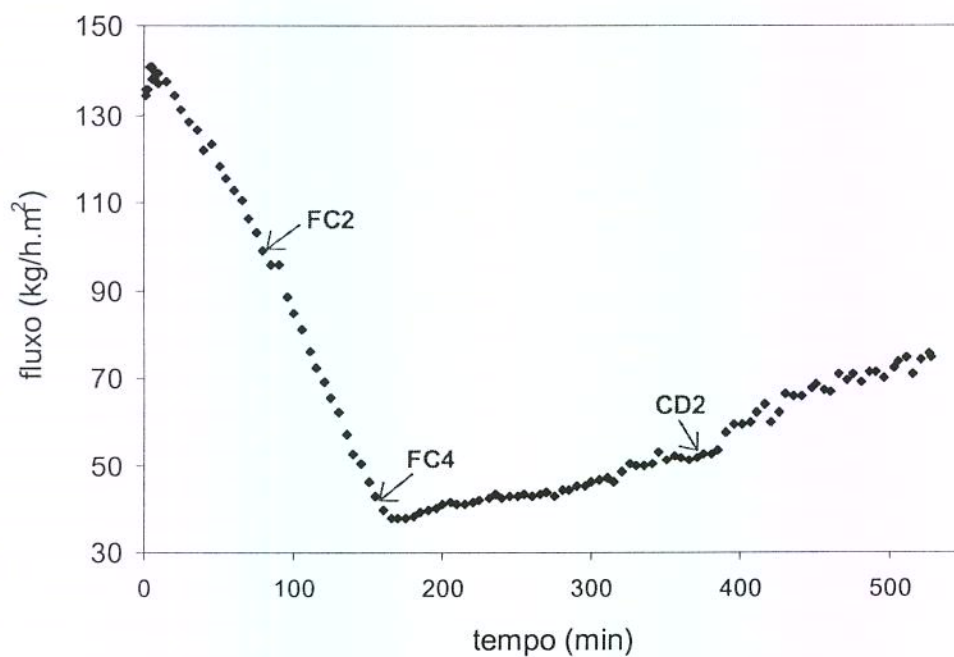


Figura A 29. Curvas de permeação para o leite microfiltrado a 4,0 m/s, a pressão transmembrana de 2,0 bar

Aumento do fluxo = 74,14%

Tabela A30. Mudança da composição centesimal* do leite durante a microfiltração a 4,0 m/s, a pressão transmembrana de 2,0 bar

	<i>ST</i>	<i>Cinzas</i>	<i>Proteína</i>	<i>Caseína</i>	<i>PS</i>	<i>Gordura</i>	<i>NNP</i>	<i>Lactose</i>
A	8,62 ± 0,09	0,62 ± 0,00	2,91 ± 0,00	2,58 ± 0,00	0,33 ± 0,00	0,18 ± 0,01	0,030 ± 0,001	4,72
C2	12,10 ± 0,09	0,88 ± 0,01	6,37 ± 0,04	5,78 ± 0,01	0,59 ± 0,00	0,26 ± 0,00	0,034 ± 0,000	4,38
C4	18,40 ± 0,01	1,47 ± 0,00	12,57 ± 0,00	11,47 ± 0,01	1,10 ± 0,00	0,48 ± 0,02	0,040 ± 0,000	3,62
CD2	16,17 ± 0,02	1,20 ± 0,02	12,15 ± 0,02	11,22 ± 0,02	0,93 ± 0,00	0,58 ± 0,02	0,020 ± 0,000	2,11
CD4	13,69 ± 0,02	1,10 ± 0,02	12,00 ± 0,00	11,35 ± 0,01	0,65 ± 0,00	0,50 ± 0,00	0,013 ± 0,000	0,01
P**	5,65 ± 0,08	0,37 ± 0,05	0,03 ± 0,01	0,002 ± 0,001	0,03 ± 0,00	0,50 ± 0,00	0,034 ± 0,000	4,52

*Composição centesimal, onde cada valor é a média de três pontos (média ± desvio padrão)

**P = composição centesimal média de todo o permeado coletado até FC = 4

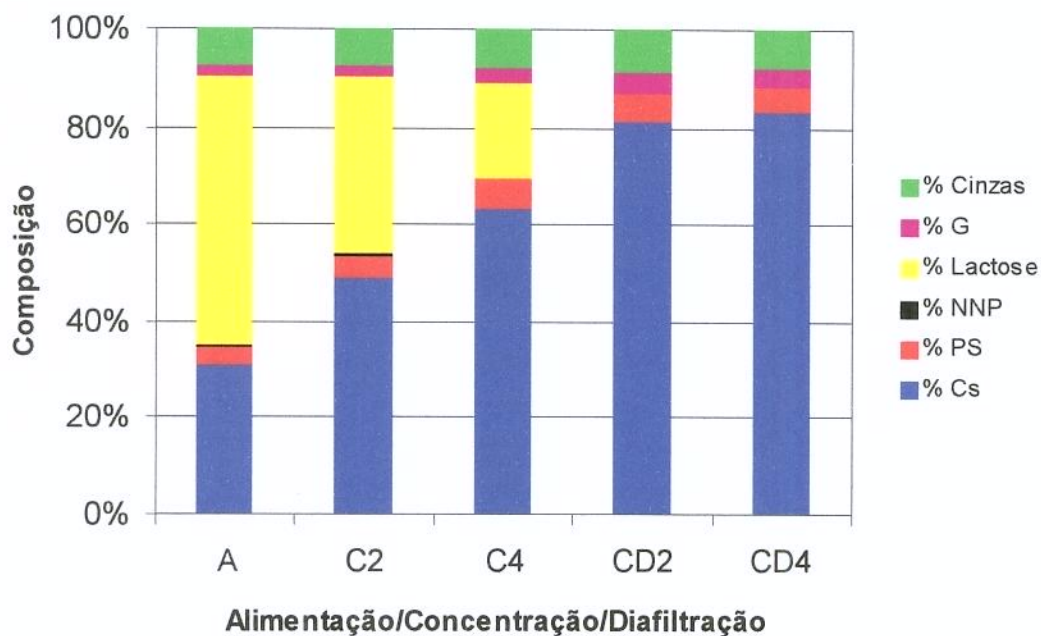


Figura A 30. Composição, em base seca, da alimentação e dos concentrados de caseína para o experimento 11

Tabela A31. Balanço de massa para o experimento 11*

<i>ST</i>	<i>Cinzas</i>	<i>Pt</i>	<i>Cs</i>	<i>PS</i>	<i>G</i>	<i>NNP</i>	<i>Lactose</i>
<i>Alimentação:</i>							
	6893,1	499,1	2324,0	2066,6	264,0	144,0	24,0
<i>Concentrado + Permeado médio:</i>							
<i>FC</i>							
2	7099,4	500,5	2561,6	2312,7	249,1	302,5	27,4
4	7069,2	516,7	2534,7	2295,1	239,6	396,4	28,6

*Quantidade, em kg, de cada componente

Continuação da Tabela 7...

<i>Exp</i>	<i>v</i> (m/s)	<i>P transm</i> (kPa)	<i>A/C**</i>	<i>Sólidos</i> <i>totais</i>	<i>Cinzas</i>	<i>Proteína</i>	<i>Caseína</i>	<i>Proteínas</i> <i>do soro</i>	<i>G</i>	<i>NNP</i>	<i>Lactose</i>	<i>Relação</i> <i>Cs/Pt</i>
5	1,9	200	<i>A</i>	9,07 ± 0,01	6,86 ± 0,03	34,28 ± 0,18	30,80 ± 0,07	3,49 ± 0,00	2,19 ± 0,00	0,36 ± 0,00	54,37	0,898
			<i>C2</i>	11,94 ± 0,05	7,57 ± 0,00	56,19 ± 0,32	51,07 ± 0,10	5,12 ± 0,02	1,82 ± 0,01	0,32 ± 0,00	32,38	0,909
			<i>C4</i>	18,57 ± 0,04	8,06 ± 0,02	69,72 ± 0,73	63,67 ± 0,01	6,04 ± 0,02	2,96 ± 0,03	0,26 ± 0,00	17,60	0,913
6	6,1	200	<i>A</i>	8,97 ± 0,02	7,81 ± 0,58	31,93 ± 0,34	28,43 ± 0,34	3,50 ± 0,37	2,10 ± 0,02	0,25 ± 0,06	56,56	0,890
			<i>C2</i>	11,97 ± 0,05	7,65 ± 0,12	49,00 ± 0,15	45,36 ± 0,05	3,64 ± 0,18	1,82 ± 0,38	0,29 ± 0,03	39,68	0,926
			<i>C4</i>	17,94 ± 0,28	8,51 ± 0,08	67,73 ± 0,31	63,00 ± 0,05	4,74 ± 0,03	3,34 ± 0,18	0,20 ± 0,00	19,14	0,930
	4,0	90	<i>CD2</i>	14,27 ± 0,02	8,83 ± 0,25	81,58 ± 0,65	77,11 ± 0,06	4,49 ± 0,05	3,80 ± 0,14	0,05 ± 0,00	5,47	0,945
			<i>CD4</i>	14,48 ± 0,02	8,69 ± 0,36	83,10 ± 0,00	80,53 ± 0,82	2,56 ± 0,06	5,40 ± 0,27	0,05 ± 0,01	2,49	0,969
			<i>A</i>	8,71 ± 0,05	8,10 ± 0,33	33,29 ± 0,02	29,74 ± 0,93	2,29 ± 0,01	1,98 ± 0,01	0,34 ± 0,00	54,46	0,894
	4,0	310	<i>C2</i>	11,57 ± 0,00	7,75 ± 0,79	51,37 ± 0,01	47,94 ± 0,67	3,42 ± 0,03	3,82 ± 0,06	0,31 ± 0,00	35,08	0,933
			<i>C4</i>	17,48 ± 0,01	8,37 ± 0,29	66,37 ± 0,04	61,55 ± 0,23	4,82 ± 0,00	3,06 ± 0,42	0,23 ± 0,00	20,73	0,927
			<i>CD2</i>	13,94 ± 0,04	8,18 ± 0,40	86,10 ± 0,11	82,40 ± 0,09	3,70 ± 0,02	0,97 ± 0,22	0,05 ± 0,00	4,43	0,957
8	4,0	310	<i>CD4</i>	14,47 ± 0,04	7,59 ± 0,23	89,63 ± 0,18	87,03 ± 0,14	2,63 ± 0,04	1,75 ± 0,31	0,06 ± 0,01	0,65	0,971
			<i>A</i>	8,62 ± 0,03	7,30 ± 0,07	34,00 ± 0,01	30,30 ± 0,00	3,70 ± 0,00	2,35 ± 0,12	0,37 ± 0,00	53,99	0,891
			<i>C2</i>	11,90 ± 0,04	7,89 ± 0,03	56,85 ± 0,35	52,10 ± 0,03	4,75 ± 0,04	1,78 ± 0,07	0,31 ± 0,01	31,50	0,916
	4,0	310	<i>C4</i>	18,34 ± 0,09	8,33 ± 0,12	69,41 ± 0,04	63,37 ± 0,02	6,03 ± 0,00	3,19 ± 0,13	0,25 ± 0,00	17,48	0,913
			<i>CD2</i>	14,55 ± 0,01	8,46 ± 0,05	75,27 ± 0,14	69,56 ± 0,00	5,71 ± 0,05	3,57 ± 0,08	0,14 ± 0,01	11,81	0,924
			<i>CD4</i>	13,92 ± 0,01	8,02 ± 0,10	87,64 ± 0,26	81,22 ± 0,01	6,39 ± 0,02	3,52 ± 0,15	0,12 ± 0,00	0,05	0,927